

**UNIVERSITÉ DU QUÉBEC**

**MÉMOIRE PRÉSENTÉ À  
L'UNIVERSITÉ DU QUÉBEC À TROIS-RIVIÈRES**

**COMME EXIGENCE PARTIELLE  
DE LA MAÎTRISE EN SCIENCES DES PÂTES ET PAPIERS**

**PAR  
ERIK TREMBLAY**

**ÉTUDE DE L'INFLUENCE DES PARAMÈTRES AFFECTANT LE DÉSENCRAGE  
DE VIEUX PAPIERS PHOTOCOPIÉS**

**DÉCEMBRE 1996**

Université du Québec à Trois-Rivières

Service de la bibliothèque

Avertissement

L'auteur de ce mémoire ou de cette thèse a autorisé l'Université du Québec à Trois-Rivières à diffuser, à des fins non lucratives, une copie de son mémoire ou de sa thèse.

Cette diffusion n'entraîne pas une renonciation de la part de l'auteur à ses droits de propriété intellectuelle, incluant le droit d'auteur, sur ce mémoire ou cette thèse. Notamment, la reproduction ou la publication de la totalité ou d'une partie importante de ce mémoire ou de cette thèse requiert son autorisation.

## REMERCIEMENTS

L'auteur désire d'abord remercier son superviseur de projet, M. Mohini Mohan Sain, pour avoir suivi et coordonné les manipulations de cette étude et pour ses suggestions et commentaires tant du point de vue pratique que théorique.

Qu'il me soit permis de remercier M. Claude Daneault pour ses suggestions constructives concernant l'élaboration de ce mémoire et des différents séminaires présentés.

Je désire également remercier mon directeur de recherche M. Marcel Lapointe pour m'avoir persuadé des avantages de la maîtrise en pâtes et papiers et pour tous ses judicieux conseils. Finalement, je remercie tout le personnel du centre de recherche et tous les gens qui ont, de près ou de loin, participé à l'élaboration de ce mémoire.

## RÉSUMÉ

Depuis quelques années, le désencrage des vieux papiers de bureau est devenu une activité importante dans l'industrie de pâtes et papiers. Parmi les vieux papiers, on retrouve les papiers photocopiés. L'impression xérographique utilise une poudre thermoplastique au lieu d'encre à base d'huile ou d'eau, comme dans le cas des impressions "offset" et flexographique. Or, pour être considéré comme un papier à forte valeur ajoutée dans la production de papier recyclé, ces papiers fins doivent être débarrassés des encres xérographiques. La grande difficulté avec le désencrage de ce type de vieux papiers repose sur l'enlèvement complet des encres qui sont fortement attachées aux fibres de cellulose. Le système conventionnel de trituration s'avère inefficace pour fragmenter ces encres dans une distribution de tailles adéquates pour l'enlèvement par flottation. Dans notre étude, l'utilisation d'un autre type de trituration qui implique un mécanisme d'impacts agissant durant le mouvement planétaire d'une pale a été évalué. Ce projet a comme objectif de réduire la quantité de points d'encre visibles dans la pâte sans affecter son degré de blancheur. De plus, l'influence des facteurs mécaniques, thermiques et chimiques de la fragmentation des encres xérographiques furent évalués en augmentant progressivement la température de l'eau jusqu'à un maximum de 90°C. La détermination des conditions optimales de trituration et de flottation fut également évaluée. Finalement, les résultats obtenus furent comparés avec un tritrateur conventionnel hélicoïdal. Afin de mieux rencontrer nos objectifs, une série de paramètres expérimentaux furent établis. Avec le tritrateur planétaire, les valeurs des paramètres qui donnent une quantité d'encre visible la plus faible ont été retenues. Pour ces valeurs optimales, les résultats entre le tritrateur planétaire et le tritrateur hélicoïdal furent comparés. Nous avons remarqué, à l'égard de la trituration planétaire, qu'une faible quantité de points d'encre reste sur la pâte à une consistance de 13%, à une température de l'eau de 90°C, à une vitesse d'agitation maximale de 575 rpm, dans un environnement alcalin et durant une trituration de 30 minutes. Ces résultats démontrent que l'eau chaude permet un ramollissement du liant de l'encre par un gonflement de celui-ci, ce qui diminue sa cohésion et favorise sa fragmentation et son enlèvement par flottation.

Pour la trituration hélicoïdale, une faible quantité d'encre résiduelle visible fut obtenu à une consistance de 10% et ceci à une vitesse d'agitation de 2400 rpm. En conclusion, l'utilisation du système planétaire permet d'accroître la propreté de la pâte en augmentant la consistance de la pâte, ce qui s'avère un élément fort important dans un procédé de désencrage industriel. L'utilisation de solvant comme agent de gonflement ne s'avère pas nécessaire dans ces conditions optimales.

## TABLE DES MATIÈRES

REMERCIEMENTS.....	I
RÉSUMÉ.....	II
TABLE DES MATIÈRES .....	IV
LISTE DES TABLEAUX.....	VII
LISTE DES FIGURES .....	VIII
 CHAPITRE 1 INTRODUCTION.....	 1
1.1 Problématique et objectifs.....	3
CHAPITRE 2 THÉORIE SUR LE DÉSENCRAGE DES VIEUX PAPIERS DE BUREAU .....	 7
2.1 Relation entre le papier imprimé et la composition de l'encre.....	7
2.2 Désencrage.....	9
2.2.1 Trituration.....	10
A) Hélicoïdale .....	11
B) Planétaire (nouvelle alternative).....	13
2.3 Flottation.....	19
2.3.1 Surfactant et agents collecteurs.....	21
2.3.2 Physico-chimie du désencrage par flottation.....	23
A) Thermodynamique du mouillage.....	23
B) Thermodynamique de l'adsorption .....	25
2.3.3 Cinétique de la flottation.....	26
 CHAPITRE 3 EXPÉRIMENTATIONS .....	 30
3.1 Matériel.....	30
A) Papier.....	30
B) Solvants .....	31
3.2 Méthode.....	31

3.2.1 Caractérisation des encres et du surfactant.....	31
A) TGA .....	31
B) SPECTROSCOPIE FT-IR.....	32
3.2.2 Trituration et flottation .....	32
3.2.3 Analyses statistiques préliminaires pour la trituration .....	35
3.2.4 Évaluation du procédé .....	39
A) Préparation des feuilles de papier.....	39
B) Propriétés optiques.....	39
C) Propriétés mécaniques.....	39
D) Analyse d'image.....	41
 CHAPITRE 4 RÉSULTATS ET DISCUSSIONS .....	 43
4.1 Caractérisation du surfactant par FT-IR.....	43
4.2 Analyses statistiques de la trituration pour le "design" expérimental .....	44
4.2.1 Sélection des paramètres.....	44
4.2.2 Étude quantitative des facteurs et des réponses .....	45
A) Blancheur.....	45
B) Aire de recouvrement des particules d'encre.....	48
4.3 Optimisation des variables du procédé de trituration et de flottation.....	51
4.3.1 Trituration planétaire .....	51
A) Vitesse d'agitation .....	51
B) pH.....	52
C) Consistance de trituration .....	52
D) Température de l'eau ajoutée .....	56
E) Concentration en solvant .....	58
4.3.2 Flottation.....	61
4.3.3 Trituration hélicoïdale.....	63
4.3.4 Cinétique de la flottation.....	66

CHAPITRE 5 CONCLUSIONS.....	75
CHAPITRE 6 RÉFÉRENCES .....	77
ANNEXE	
A- "Design" expérimental	
B- Cinétique de la flottation	



## LISTE DES TABLEAUX

2.1 Paramètres de la loi de puissance pour différents fluides à la température ambiante.....	17
2.2 Surfactants et agents collecteurs .....	22
3.1 Composition chimique de l'encre xérogaphique utilisée pour le photocopieur Ricoh Ft 6620 .....	30
3.2 Valeurs utilisées pour les facteurs du plan expérimental .....	38
4.1 Nouveau plan expérimental de 7 expériences .....	45
4.2 Erreur standardisée des variables retenues pour la blancheur .....	46
4.3 Erreur standardisée des variables retenues pour l'aire de recouvrement.....	48
4.4 Blancheur et aire de recouvrement avant et après flottation pour une consistance donnée .....	53
4.5 Réponses obtenues pour la variation de la température de l'eau.....	56
4.6 Aire de recouvrement et blancheur pour différentes températures de l'eau avec et sans huile de banane .....	59
4.7 Réponses obtenues pour différentes concentrations en surfactant .....	61
4.8 Valeurs optimales utilisées pour la trituration planétaire .....	63
4.9 Résultats pour la trituration hélicoïdale .....	64
4.10 Comparaison des propriétés mécaniques pour les essais à haute vitesse de trituration.....	65
4.11 Analyse d'image des feuilles pour la cinétique de la flottation .....	68

## LISTE DES FIGURES

1.1 Croissance de la consommation de papier en Amérique du nord.....	2
2.1 Procédé d'impression xérographique .....	8
2.2 Procédés élémentaires et opérations unitaires du désencrage .....	10
2.3 Contours de viscosité supposés pour le triturateur hélicoïdal.....	12
2.4 Trajectoire de la pâte durant la trituration hélicoïdale.....	12
2.5 Mouvement créé par la pale lors de la trituration planétaire.....	14
2.6 Hypothèse des contours de viscosité pour le triturateur planétaire.....	19
2.7 Schéma d'un système à 3 phases avec un angle de contact entre la bulle d'air et un solide dans un environnement aqueux .....	24
2.8 Trajectoire des petites particules autour d'une bulle d'air qui s'élève dans une suspension aqueuse .....	29
3.1 Cellule de flottation Leeds .....	34
3.2 Diagramme d'écoulement.....	35
3.3 Processus d'analyse des encres.....	41
4.1 Spectre FT-IR du surfactant .....	43
4.2 Blancheur en fonction de la concentration en solvant (CS).....	46
4.3 Blancheur en fonction du temps de rétention (TR) .....	47
4.4 Aire de recouvrement en fonction du temps de rétention.....	49
4.5 Aire de recouvrement en fonction du temps de trituration .....	49
4.6 Aire de recouvrement en fonction de la consistance de trituration (avant flottation) .....	55
4.7 Aire de recouvrement en fonction de la consistance de trituration (après flottation).....	55
4.8 Blancheur en fonction de la consistance de trituration avant et après flottation.....	56
4.9 Profil de température de l'eau pour une trituration planétaire (Température initiale = 90°C).....	57

## LISTE DES FIGURES (SUITE)

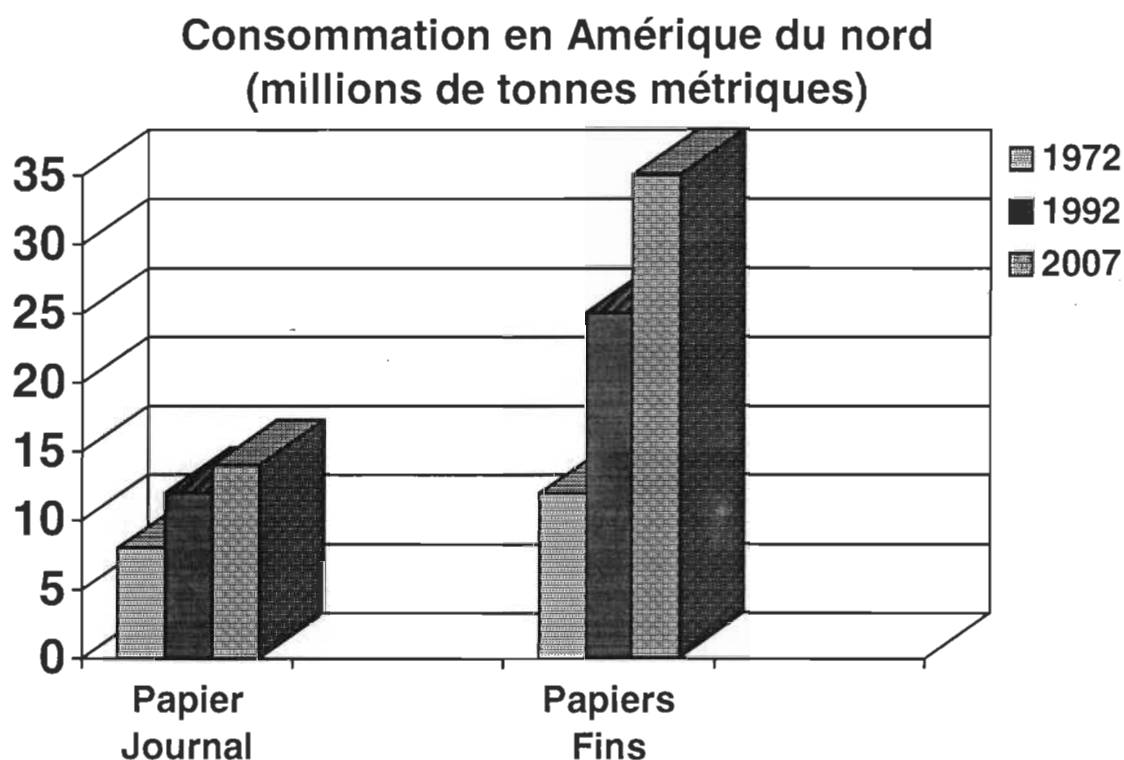
4.10 $\ln (C-C_{\infty}/C_0-C_{\infty})$ en fonction du temps pour la détermination de $C_{\infty}$ .....	69
4.11 $\ln (-dC/dT)$ en fonction de $\ln (C-C_{\infty})$ pour $C_{\infty} = 47$ .....	70
4.12 Quantité d'eau cumulative enlevée en fonction du temps de flottation.....	72
4.13 Enlèvement cumulatif des fibres/polymère et du $\text{CaCO}_3$ en fonction du temps .....	72
4.14 Enlèvement des solides en fonction de l'enlèvement d'eau.....	73

## CHAPITRE 1

### INTRODUCTION

En 1990, aux États-Unis, on pouvait compter en moyenne une utilisation de 273 kilogrammes de papiers fins par personne par année. Environ 70% de ces 273 kilogrammes passait directement au site d'enfouissement et occupait 14% de l'espace des dépotoirs dans ce pays [1]. Il y a eu une progression de 12 millions de tonnes métriques/année à 25 millions de tonnes métriques/année au cours des années 1972 à 1992 en Amérique du nord. Cette consommation atteindra environ 35 millions de tonnes métriques/année en 2007 [2]. La figure 1.1, présente l'évolution de la consommation des papiers fins et du papier journal en Amérique du nord. Face à une telle consommation, le recyclage du papiers fins a pris alors une importance capitale. En effet, le recyclage permet d'utiliser une quantité de fibres secondaires et les transformer en un nouveau papier fin à contenu recyclé. Cependant, la réalité montre qu'il est presque impossible de vouloir tout récupérer le papier fin puisque les villes ne sont pas toutes dotées d'un programme de cueillette des vieux papiers. Pensons seulement à la récupération dans de nombreux édifices à bureaux et aux institutions scolaires qui constituent un potentiel fort important pour la récupération de papiers fins. Ce qui étonne également, c'est qu'il existe plusieurs contenants de récupération à maints endroits et il n'en demeure pas moins que les gens, en général, ont tendance à jeter leurs papiers fins dans la poubelle à proximité plutôt que de se déplacer et déposer le tout dans un contenant à cet effet. Il existe aussi cette mentalité où les gens pensent encore que seuls les vieux journaux, les revues et les emballages de carton sont les produits recherchés. Il est donc devenu primordial, tant sur le plan environnemental qu'économique, de recycler les vieux papiers fins pour les raisons suivantes:

- réduction de la capacité et augmentation des coûts d'entretien des sites d'enfouissement
- réduction de la disponibilité de la matière première
- faible taux de récupération du papier fin (4.3% en 1992) [3]



**FIGURE 1.1** Croissance de la consommation de papier en Amérique du nord [1]

Le recyclage des vieux papiers fins de bureau reçoit une attention toute particulière depuis quelques années à cause de la qualité de ses fibres. Une fraction significative de ces vieux papiers provient des photocopieurs et/ou des imprimantes au laser. Les papiers imprimés par les imprimantes au laser et par les photocopieurs sont depuis de nombreuses années problématiques pour les usines de désencrage qui utilisent une méthode conventionnelle d'enlèvement des encres. Généralement, les liants synthétiques présents dans la composition chimique de l'encre laissent de grosses particules d'encre dans la suspension de la pâte après la trituration conventionnelle. Ces dernières ne peuvent être enlevées par l'utilisation du procédé de lavage ou de flottation des encres.

## 1.1 Problématique et objectifs

Depuis quelques années, avec la venue de l'ère informatique, les fabricants d'encre ont dû concevoir de nouvelles formulations afin de satisfaire la forte demande du marché de l'impression de haute qualité. Parmi celles-ci, on retrouve les encres xérogaphiques qui sont utilisées pour les photocopieurs et les imprimantes au laser. Le procédé utilisé pour permettre l'impression de ces encres implique la fusion du polymère à la surface du papier. Durant ce procédé, les petites particules du polymère adhèrent l'une à l'autre pour former des liens plus forts et, par conséquent, de plus grosses particules d'encre solidement attachées aux fibres du papier. De plus, après une exposition à la lumière et à l'air, les groupements en surface du styrène sont sujets à l'oxydation. La formation de liens très forts entre les particules d'encre et la fibre de cellulose provient de la fusion et de l'oxydation des liants dans les particules d'encre [4].

Durant la trituration, ce type d'encre est plus difficile à séparer de la surface du papier. Le caractère hydrophile de l'agglomération encre-fibre est rehaussé et diminue l'efficacité d'enlèvement des encres par le procédé de flottation. Cette présence de contaminants visibles à l'œil nu dans la pâte diminue la propreté et la valeur marchande du produit final. Ainsi, un défi majeur auquel les industries de désencrage doivent faire face est celui de posséder, à des coûts minimums, un procédé efficace d'enlèvement complet des grosses particules d'encres xérogaphiques du papier recyclé pour la fabrication de papiers fins à forte valeur ajoutée.

L'importance d'effectuer une bonne trituration s'avère primordiale pour briser les liens encre-fibre et diminuer la taille des particules d'encre. Or, c'est souvent à partir de cette première étape du désencrage que le succès d'enlèvement des encres est associé.

Avec la complexité de celles-ci (chimie, fusion, grosseur), l'emploi de produits chimiques, d'énergies mécanique et thermique est nécessaire pour diminuer la taille des particules d'encre dans une région convenable au désencrage par flottation dans le cas qui nous préoccupe.

Plusieurs auteurs ont consacré beaucoup d'efforts afin de trouver des solutions qui permettent d'augmenter l'efficacité de la flottation des encres xérographiques et ont tenté d'expliquer la difficulté dans le désencrage de ce type d'encre. Cathie *et al.* [5] ont montré qu'il y a certaines irrégularités dans les caractéristiques de désencrage pour ce type de papier qui sont difficiles à expliquer. Ces irrégularités sont causées par les différences dans la composition chimique de l'encre, du type d'imprimante ou de photocopieur utilisé ou même du vieillissement de l'impression. À titre d'exemple, l'utilisation de cette encre sans oxyde de fer produit des particules plus convenables pour l'enlèvement par la flottation. Cathie *et al.* [6] ainsi que Vidotti *et al.* [7] ont conclu que la chimie du "toner" est importante et que les encres à base de styrène-acrylate contenant de l'oxyde de fer laissent des particules plus grosses suite à la trituration qu'une encre ne contenant pas celui-ci.

D'autre part, Dorris *et al.* [4] ont rapporté que les particules de "toner" sont non seulement épaisses mais aussi denses en raison de la présence d'oxyde de fer dans le contenu chimique de l'encre. Ils stipulent que sur une base égale en diamètre, les particules d'encre des imprimantes au laser tendent à flotter moins bien que celles du photocopieur et spécialement pour les papiers alcalins. Ils attribuent cette baisse à la différence dans l'épaisseur de la couche d'encre et dans la densité d'impression de l'encre déposée sur le papier à l'impression. Okada et Urushibata [8] ont conclu également que la densité d'impression a un effet important sur l'efficacité d'enlèvement de ces encres. Pan *et al.* [9] et Jonhson *et al.* [10] ont démontré que le taux de flottation plus bas des encres d'imprimantes au laser était aussi causé par la présence de fibres liées dans la couche épaisse du liant synthétique réduisant ainsi leur taux de capture par les bulles d'air.

Dorris *et al.* [4] ont mis en valeur l'importance du rôle de la force de cohésion au lieu du degré de liaison de la couche d'encre lors de l'impression pour expliquer le problème d'apparition de taches d'encre après trituration. Plusieurs auteurs ont tenté de résoudre le problème de taches d'encre par l'utilisation d'enzymes [11], d'ultrasons [12] ou par agglomération de gouttelettes d'huile de n-hexadécane [13]. Ces méthodes apportent des suggestions intéressantes d'enlèvement des encres, mais d'un point de vue économique, celles-ci requièrent des coûts importants pour l'opération du procédé (coût des enzymes, d'énergie et d'huile). Une approche intéressante est celle de Dorris et Sayegh [14] qui utilisent une trituration hélicoïdale à haute consistance à une température de 45°C. Leurs résultats démontrent qu'une haute consistance et des conditions d'opération stables de la flottation permettent d'obtenir une feuille de papier avec une quantité faible de points d'encre. Toutefois, ces résultats ne sont valables que pour un papier qui est originalement acide. Malgré toutes ces recherches et ces efforts déployés, il ne semble pas exister de solution unique pour l'enlèvement de ces encres.

Dans le système conventionnel de trituration, des forces de cisaillement entre les fibres sont utilisées pour décrocher les encres. Toutefois, pour les encres xérographiques, il est requis d'établir des conditions particulières de trituration et les forces de cisaillement en jeu ne réalisent pas efficacement la séparation et la fragmentation des encres. Pour cette raison, nous utilisons pour notre étude, un nouveau type de triturateur dont le mécanisme de trituration est basé sur la distribution d'impacts entre une pale et les parois du réservoir, en plus des forces de cisaillement entre les fibres pour les détacher et diminuer la grosseur des particules d'encre.

L'objectif général du projet consiste à étudier, à l'aide d'un nouveau mécanisme de trituration, des facteurs mécaniques et thermochimiques pour éliminer les points d'encre visibles des vieux papiers photocopiés. Les objectifs plus spécifiques sont les suivants:



- a) étudier les phénomènes thermochimiques de la fragmentation et de la distribution de taille des points d'encre visibles
- b) réaliser l'étude des différentes forces mécaniques impliquées durant la trituration
- c) comparer le mécanisme d'enlèvement des encres par l'utilisation d'un tritrateur hélicoïdal et celui d'un tritrateur planétaire.

Ce travail porte donc sur l'étude des facteurs influençant la séparation des particules d'encre visibles à partir du désencrage de vieux papiers photocopiés.

## **CHAPITRE 2**

### **THÉORIE SUR LE DÉSENCRAGE DES VIEUX PAPIERS DE BUREAU**

#### **2.1 Relation entre le papier imprimé et la composition de l'encre**

Les encres xérographiques, selon le terme anglais souvent employé "toner", sont utilisées pour les impressions de haute qualité. Chez certains manufacturiers, la composition actuelle du "toner" demeure secrète, mais généralement d'une compagnie à l'autre on retrouve une formulation semblable dont les composants sont les suivants:

##### **1) Un pigment**

Le pigment est habituellement le noir de carbone mais les encres xérographiques colorées sont aussi employées.

##### **2) Un liant synthétique**

Le liant synthétique est responsable de la fusion des particules et est choisi selon le type d'équipement. Ce liant est habituellement un mélange de polymères, comme le styrène-acrylate, styrène-butadiène ou les polyesters [11].

##### **3) Une résine modifiée**

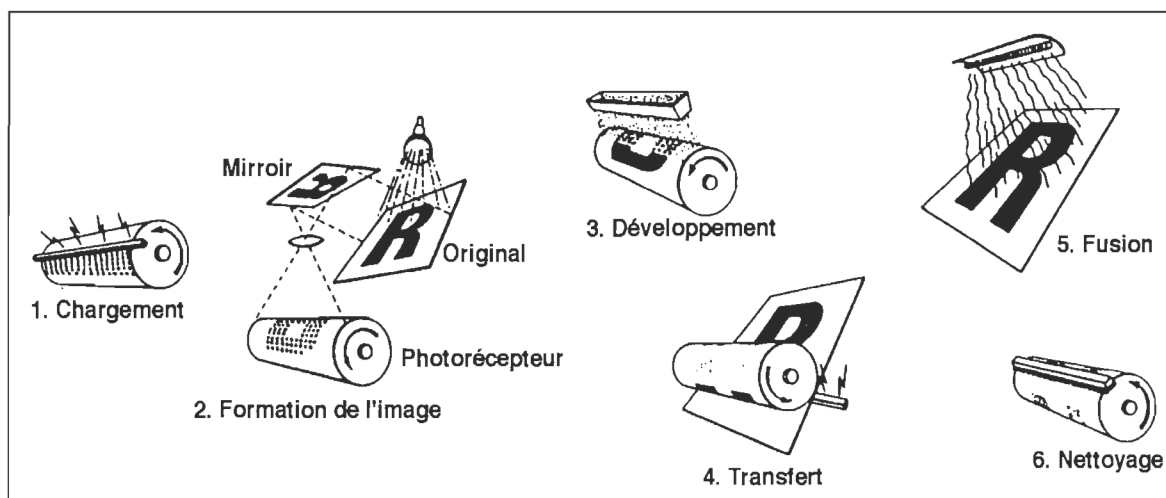
La résine modifiée est habituellement un composé naturel comme l'acide abiétique ou la cire. Elle est utilisée pour donner de la force à l'interface encre-papier, de telle sorte que l'encre sera déposée sur le papier au lieu de demeurer sur le rouleau d'application.

##### **4) Agents de charge**

Les agents de charge, comme l'oxyde de fer, donnent aux particules d'encre la charge électrostatique nécessaire pour créer l'image.

Les encres xérogaphiques provenant de plusieurs équipements électrophotographiques utilisent différents liants synthétiques mais tous possèdent une température de transition vitreuse,  $T_g$ , dans la région de 140°F à 160°F [15]. À cette température, l'encre xérogaphique qui était dans un état solide change en un état un peu plus mou et collant. La température de transition vitreuse dépend de la composition chimique de l'encre, du poids moléculaire et de la présence de produits chimiques présents dans la composition de base.

Au départ, les particules d'encre sont d'environ 20 microns de grosseur pour la plupart des équipements et d'environ 10 microns ou moins pour les imprimantes à haute résolution. Lors du procédé d'impression, les particules d'encre sont transférées électrostatiquement sur la feuille de papier pour former une image. Les différentes étapes du procédé de transfert de l'encre sont illustrées à la figure 2.1. Comme on le remarque sur cette figure, la feuille de papier et l'encre sont soumises à des températures élevées (étape #5).



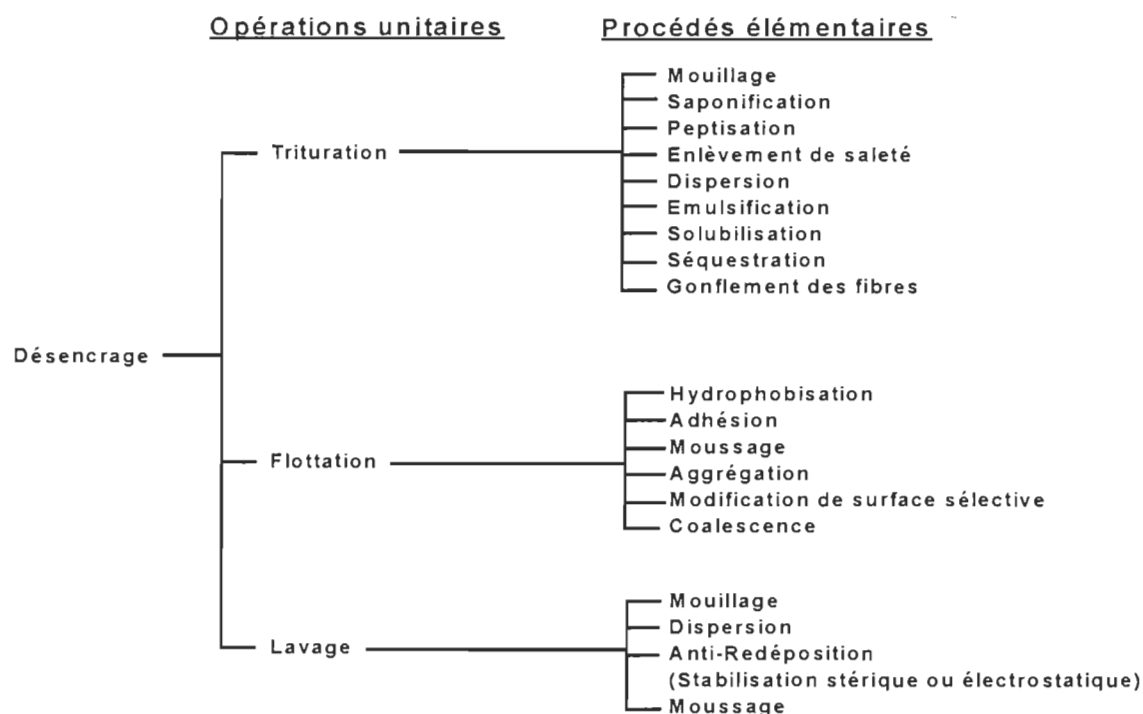
**FIGURE 2.1** Procédé d'impression xérogaphique [16]

Pendant cette étape, le polymère contenu dans la formulation de l'encre fond et est physiquement lié à la fibre du papier formant ainsi une masse d'encre contenant un mélange de plusieurs particules d'encre. Celles-ci possèdent une grosseur de 250 microns pour un type d'encre composé de polyester et de 400 microns pour une encre composée de styrène-acrylate. De plus, la chaleur et la pression agissant ensemble pour permettre la fusion de l'encre, il en résulte une forte adhérence avec le papier [10]. Les facteurs importants affectant l'adhésion de l'encre au papier sont les caractéristiques de l'appareil utilisé (vitesse, température, pression), les propriétés rhéologiques du polymère, l'énergie libre de surface de l'encre polymérique et du papier et la topographie du papier [14]. La haute ténacité avec laquelle les caractères d'encre sont liés au papier est évidemment cette qualité désirable que doit posséder une feuille de papier à son étape finale.

## **2.2 Désencrage**

Le désencrage de vieux papiers s'effectue principalement en deux étapes. Tout d'abord, l'encre et/ou autres contaminants présents dans la pâte doivent être complètement détachés des fibres de cellulose qui originalement forment la feuille de papier. Finalement, lorsque les fibres ont été libérées, elles doivent être séparées de leurs contaminants afin qu'elles puissent être réutilisées pour fabriquer du nouveau papier. La première étape, dans le procédé de désencrage, est la désintégration de la feuille de papier. Cette étape s'effectue dans un tritrateur avec l'addition de différents produits chimiques qui facilitent la réhydratation de la cellulose et le détachement des contaminants. La deuxième étape comprend la séparation des fibres des contaminants et est accomplie par l'utilisation d'opérations unitaires comme le lavage, la flottation, l'épuration et le tamisage. Cette étape se fait en fonction de la grosseur des contaminants et quelquefois dépend de la forme et de la densité des particules [7]. Pour les encres xérogaphiques, l'utilisation de la flottation est le procédé de séparation le plus efficace. En effet, les particules d'encre après trituration sont trop grosses pour être enlevées par le lavage et trop petite pour l'enlèvement par les tamis ou épurateur. Donc, la flottation est le procédé d'enlèvement le plus adéquat.

Comme on le remarque à la figure 2.2, le désencrage est constitué d'opérations unitaires [17]. Les trois principales sont la trituration, la flottation et le lavage. On retrouve plusieurs procédés élémentaires qui caractérisent les opérations unitaires dont plusieurs d'entre elles sont identifiées comme étant différents phénomènes interfaciaux.



**FIGURE 2.2** Procédés élémentaires et opérations unitaires du désencrage [17]

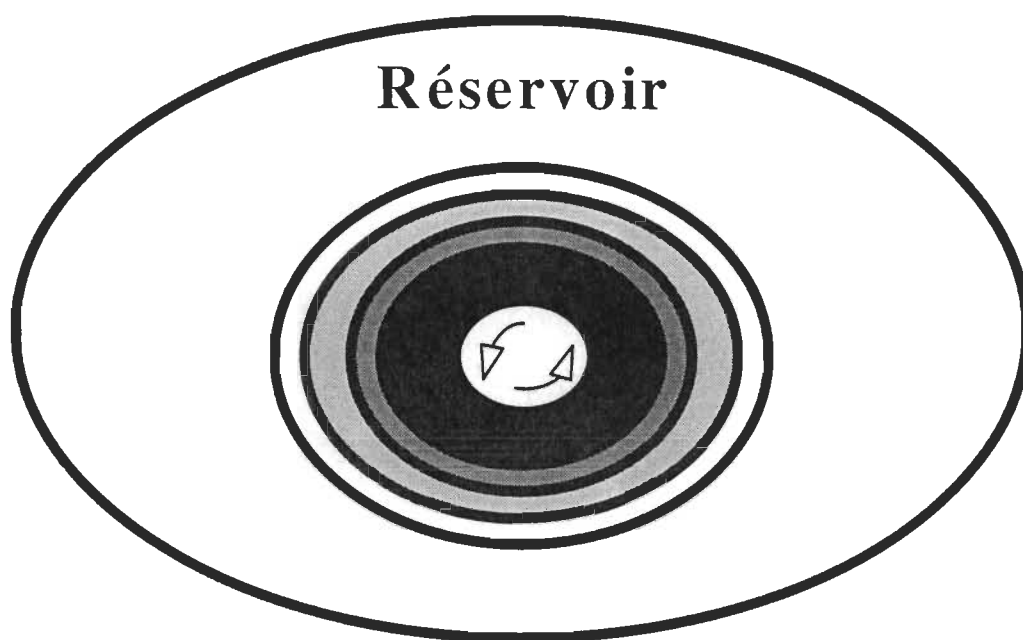
### 2.2.1 Trituration

Pour la production de papier, toute matière première doit être transformée d'une forme solide dans laquelle elle a été délivrée en une suspension de fibres. Ceci requiert la brisure des ballots de papier, le mouillage du papier, sa désintégration et son homogénéisation. En général, cela peut être possible par les forces de cisaillement générées par un rotor simple dans un réservoir de trituration. Cette première étape d'un procédé de désencrage, par l'ajout d'une grille au fond du tritrateur ou d'une *poire*, sert également comme un premier stage de tamisage grossier.

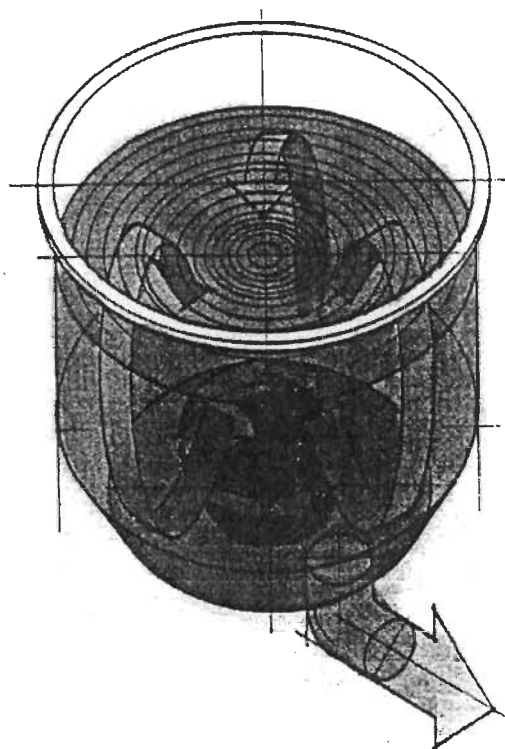
## A) Hélicoïdale

Les triturateurs hélicoïdaux sont les plus utilisés dans les industries de désencrage et dans les laboratoires expérimentaux. Bien que leur utilisation soit adéquate et efficace pour un mélange de vieux papiers journaux et de papiers magazine, leur efficacité est diminuée lorsqu'il s'agit de désintégrer du papier photocopie. En effet, selon les conditions d'opération conventionnelle, le triturateur hélicoïdal ne peut pas complètement libérer les fibres des encres et les briser aux grosseurs désirables. Les forces de cisaillement en jeu ne permettent pas de diminuer la taille des particules pour leur enlèvement optimum par la flottation. On peut, selon nous, expliquer cette faible efficacité des forces de cisaillement par une approche du contour de viscosité.

À la figure 2.3, le contour de viscosité supposé pour un triturateur hélicoïdal est illustré. Comme on le constate sur cette figure, le rotor hélicoïdal est statique, ne tournant que sur lui-même. Pour des fluides pseudoplastiques, la viscosité est plus faible pour un cisaillement élevé et se situe dans la région autour du rotor et diminue vers la périphérie en direction des parois du réservoir. En effet, les régions près des parois du réservoir sont celles où les effets de cisaillement sont les moindres et où il peut y avoir des zones relatives de stagnation. Par conséquent, pour obtenir une bonne fragmentation des encres, il est requis que les forces maximales de cisaillement créées soient efficaces sur toute la pâte. À la figure 2.4, on peut constater la trajectoire que suit la pâte pendant la trituration hélicoïdale.



**FIGURE 2.3** Contours de viscosité supposés du triturateur hélicoïdal



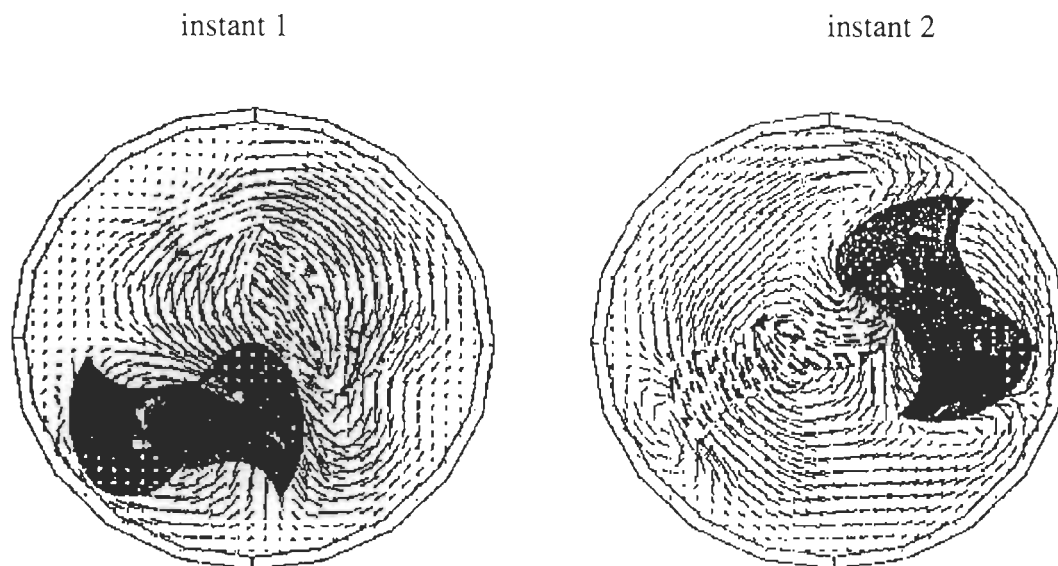
**FIGURE 2.4** Trajectoire de la pâte durant la trituration hélicoïdale [18]

## **B) Planétaire (Nouvelle alternative)**

La facilité avec laquelle une masse de papier donnée peut être recyclée dépend, en partie, du niveau de difficulté de la désintégration des fibres et du détachement des contaminants. Dans un triturateur, on fait la remise en suspension des fibres et, par le développement de forces de cisaillement créées par un rotor, on réussit à séparer les fibres de leurs contaminants. Pour optimiser la quantité de matière première récupérée, l'essai d'un nouveau prototype appelé triturateur planétaire fut réalisé. Cette appellation est basée sur le fait que le mouvement créé par le rotor, à l'intérieur de l'enceinte, ressemble à une trajectoire planétaire. Les appareils qui possèdent ce mouvement sont souvent employés pour mieux uniformiser le mélange de certains produits. Ils permettent donc d'éliminer les zones plus ou moins mortes au niveau du mélange de certains produits. La principale caractéristique de ces appareils réside dans l'uniformité du mélange.

L'industrie pharmaceutique et l'industrie alimentaire sont les principales utilisatrices d'appareils à mouvement planétaire. Ainsi, le triturateur qui possède un rotor à une pale a été utilisé en remplacement du système conventionnel: le rotor hélicoïdal. À la figure 2.5, on peut constater la trajectoire du rotor à deux moments donnés. Les lignes de la trajectoire présentées sur cette figure donnent un aperçu du mouvement et de l'impact que subit la pâte durant sa désintégration.





**FIGURE 2.5** Mouvement créé par la pale lors de la trituration planétaire [19]

L'efficacité de séparation des contaminants de ce nouveau prototype a été vérifiée et comparée au tritrateur hélicoïdal. Ce prototype conjugue non seulement des forces de cisaillement sur les fibres et les contaminants mais aussi un mécanisme d'impact additionnel. Ces impacts sont réalisés sur la paroi de l'enceinte durant la rotation de la pale permettant de détacher les fibres des contaminants et de fractionner davantage ces contaminants.

Cependant, le choix initial d'un type de mélangeur oblige l'examen de certains paramètres [20], tel que:

- a) Les propriétés rhéologiques de la matière première et du mélange
- b) La rupture d'agglomérat
- c) Une opération en continue ou en discontinue
- d) Le coût en capital
- e) Le temps de mélange
- f) La consommation de puissance

- g) La sécurité
- h) Le contrôle de la qualité

a) Propriétés rhéologiques de la matière première

Ce premier critère est fondamental pour la sélection d'un procédé et une attention particulière y fut apportée.

Les propriétés d'écoulement d'une matière première liquide peuvent être très différentes de celles obtenues du produit final, particulièrement lorsque le produit contient une proportion élevée de solide. Les principales propriétés rhéologiques non-newtoniennes à considérer sont les suivantes:

**1) État pseudoplastique**

La définition de l'état pseudoplastique est caractérisée par une diminution de la viscosité lorsque le taux de cisaillement augmente. Quand une matière est agitée, la zone de cisaillement devient concentrée autour de l'agitateur et la vitesse plus éloignée de l'agitateur diminue plus rapidement que si c'était un fluide newtonien. À titre d'exemple, un agitateur fixe à petit diamètre tournant à haute vitesse peut mélanger rapidement les matériaux à proximité de l'agitateur mais devrait prendre plus de temps à homogénéiser toute la masse impliquée. De tels agitateurs devraient être plus efficaces que dans un système multi-agitateurs ou en une forme continue où tous les matériaux sont forcés à passer près de l'agitateur. Les agitateurs, tel les planétaires, qui circulent à tous les endroits du réservoir peuvent être choisis pour le mélange des fluides fortement pseudoplastiques.

## 2) État dilatant

La définition de l'état dilatant est l'augmentation de la viscosité avec l'augmentation du taux de cisaillement. Cette façon d'agir peut avoir un effet catastrophique résultant en un bris de la conduite du mélangeur parce qu'un haut torque inattendu du moteur peut être généré.

### Relations mathématiques [21]

L'équation rhéologique à l'état stable de la plupart des fluides peut être exprimée par la forme généralisée suivante:

$$\tau_{yx} = -\eta \left| dv_x / dy \right|^{n-1} dv_x / dy$$

d'où,  $\tau_{yx}$  représente l'effet de cisaillement en  $\text{lb}_f / \text{pi}^2$ ,  $dv_x / dy$  représente le profil de vitesse du fluide en  $\text{sec}^{-1}$  et  $\eta$  est la viscosité en  $\text{lb}_f \text{ sec}^n / \text{pi}^2$  qui peut être exprimé comme une fonction de  $dv_x / dy$  ou de  $\tau_{yx}$ . Dans les régions où  $\eta$  diminue avec l'augmentation de  $(-dv_x / dy)$  le fluide est considéré comme pseudoplastique. Dans les régions où  $\eta$  augmente avec l'augmentation de  $(-dv_x / dy)$  le fluide est considéré comme dilatant (amidon, fécule de maïs). Si  $\eta$  est indépendant du taux de cisaillement, le fluide est alors considéré comme newtonien avec  $\eta = \mu$ . L'équation précédente est aussi connue comme étant la loi de puissance. Pour  $n=1$ , on retrouve la loi de viscosité de Newton avec  $\eta = \mu$ . Pour la déviation de  $n$  par rapport à l'unité, cela indique le degré de déviation par rapport à la loi de Newton. Pour des valeurs plus petites que l'unité, la loi décrit un état pseudoplastique et lorsque  $n$  est plus grand que l'unité, la loi réfère à un état dilatant. Des valeurs approximatives de  $\eta$  et de  $n$  pour différents fluides sont présentées au tableau 2.1.

**TABLEAU 2.1** Paramètres de la loi de puissance pour différents fluides à la température ambiante [21]

Composition du fluide (% en poids)	$\eta$ (lb <sub>F</sub> sec pi <sup>-2</sup> )	n (addimensionnel)
3% de CMC dans l'eau	0,194	0,566
33% de citron dans l'eau	0,150	0,171
4% de pâte à papier dans l'eau	0,418	0,575

### Contours de viscosité [19]

À partir de ce tableau, les hypothèses avancées sont que la pâte est caractéristique d'un fluide pseudoplastique ( $n < 1$ ). Comme on le sait, pour un fluide pseudoplastique, la viscosité est une fonction du taux de cisaillement. En se basant sur les études de Niederkorn et Ottino [19], et par l'approche du contour de viscosité, l'efficacité de cisaillement des deux tritrateurs utilisés ont été comparés. Il existe deux nombres addimensionnels qui caractérisent la nature pseudoplastique d'un écoulement; l'indice de cisaillement et le nombre de Carreau,  $C_R$ . Le nombre de Carreau est défini par l'équation suivante:

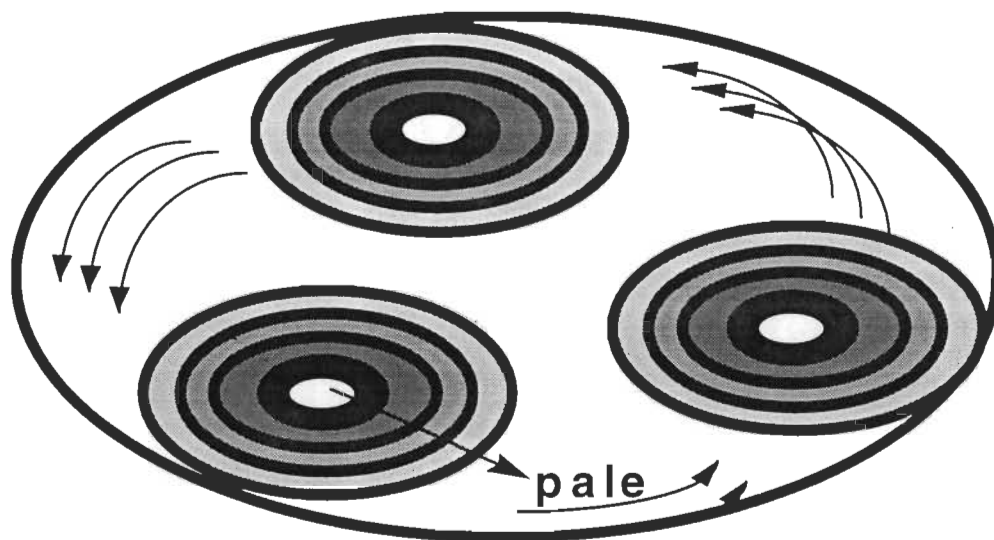
$$C_R = \lambda_c V L^{-1}$$

d'où,  $\lambda_c$  est une constante de temps en seconde,  $V$  est la vitesse caractéristique en m/s et  $L$  est une échelle de longueur caractéristique en mètre. Toutefois, le nombre de Carreau n'a pas été pris en considération dans nos comparaisons puisqu'il s'apprête mieux à des études de mouvements beaucoup plus abstraits qui utilisent la simulation en deux ou trois dimensions par ordinateur et l'emploi d'algorithmes par différences finies.

Pour l'étude de mouvement d'un fluide pseudoplastique, des modèles mathématiques et des algorithmes sophistiqués sont requis pour bien comprendre les effets de la viscosité sur le mélange d'une substance qui dévie d'un écoulement newtonnien. Dans ce cas-ci, le profil de viscosité créé durant la trituration fut la principale caractéristique retenue.

Puisque c'est l'énergie mécanique engendrée par le rotor qui permet le cisaillement des fibres, le contour de viscosité créé durant la trituration fut l'objet d'analyse. Comme décrit auparavant, le mouvement planétaire favorise l'uniformité de mélange par le déplacement d'une pale à tous les endroits dans le réservoir. Étant donné que la pale est en mouvement, les effets de cisaillement sont alors distribués à tous les endroits lors de la rotation. Ainsi, le contour de viscosité supposé, démontré à la figure 2.6, n'est basé que sur l'hypothèse d'un déplacement successif de la pale de 3 endroits.

À la figure 2.6, on constate que les régions plus foncées près du rotor représentent les effets pseudoplastiques plus marqués. Ceci implique que la viscosité est plus faible près du rotor et augmente tout en allant vers la périphérie de celui-ci. En d'autres termes, par la définition de la loi de puissance, les effets de cisaillement sont plus marqués autour du rotor et diminuent lorsqu'ils s'en éloignent et donc, les forces de cisaillement devraient être plus élevées autour du rotor et diminuées en s'éloignant de celui-ci. De plus, de par la définition du mouvement planétaire, on devrait retrouver des effets de cisaillement à tous les endroits à l'intérieur du réservoir. Cependant, ce ne sont que des arguments théoriques qui furent apportés pour tenter d'expliquer et de différencier le rôle de chacun des tritrateurs durant le mélange de la pâte et spécialement pour le tritrateur planétaire.



**FIGURE 2.6** Hypothèse des contours de viscosité pour le tritrateur planétaire

### 2.3 Flottation

La flottation est une méthode de séparation basée sur les différences de propriétés des interfaces entre des solides, une solution aqueuse et un gaz (air). Son principe repose sur la différence de mouillabilité entre les contaminants solides et les fibres. La séparation se fait par attachement sélectif des particules d'encre à des bulles d'air dans une suspension aqueuse [22]. L'extraction des particules d'encre implique que celles-ci doivent être assez hydrophobes pour être enlevées par les bulles d'air. Celles-ci montent et entraînent les particules qui y sont attachées. Une fois que l'agrégat particule/bulle atteint la surface, il est enlevé par raclage. Ainsi, le but du procédé de flottation est d'enlever les contaminants qui ont été décrochés des fibres lors de la trituration.

En général, différentes étapes sont impliquées en flottation. Celles-ci incluent l'approche et l'attachement de la bulle d'air et de la particule, la stabilisation de l'agrégat particule-bulle, le transport de l'agrégat particule-bulle à la surface de la suspension, et l'enlèvement de l'agrégat dans la couche savonneuse. La stabilité de l'agrégat peut être décrite en terme de bilan de force sur celui-ci.

Les particules sont stabilisées par les forces capillaires autour d'un périmètre de contact qui contre-balancent les forces qui tendent à tirer les particules vers le liquide. Durant et après la stabilisation, l'agrégat particule/bulle s'élève à la surface grâce à la poussée d'Archimède. Pour une flottation efficace, l'agrégat doit être assez fort pour résister aux forces de détachement qui incluent la gravité, la pression capillaire dans la bulle, les forces hydrodynamiques et les forces d'inertie. Plusieurs modèles montrent qu'un nombre de paramètres affectent la force résultante dont la densité de la particule d'encre, les dimensions de la particule et de la bulle, l'angle de contact, la tension de surface et la distance de pénétration de la particule à l'intérieur de la bulle [23].

Traditionnellement, le désencrage de vieux papier est accompli par la combinaison des procédés de flottation et de lavage. Le procédé de flottation est préféré à cause de sa plus grande spécificité de séparation des contaminants [24]. De plus, le procédé par lavage, pour être efficace, utilise beaucoup d'eau, ce qui implique des coûts supplémentaires en investissement pour traiter ces eaux lorsqu'elles sont rejetées hors du procédé.

La flottation de contaminants polymériques, tout comme les particules d'encre xérogaphiques, fonctionne bien lorsque les particules sont ou peuvent être suffisamment hydrophobes pour s'attacher aux bulles d'air et être enlevées avec la mousse. D'autre part, les fibres de bois cellulosiques étant plus hydrophiles, celles-ci sont retenues dans la phase aqueuse. La présence de fibres attachées aux particules d'encre dans la suspension ou selon le terme anglais "Hairy particles" diminue l'efficacité de flottation. En effet, comme l'explique Johnson *et al.* [10], la présence de fibres retenues sur des particules d'encre peut ou rend les particules plus hydrophiles et donc moins flottables.

Schmidt et Berg [25] ont étudié l'influence de la forme des particules de "toner" sur leurs aptitudes à la flottation. Ils ont démontré par analyse de mouvement, à l'aide d'une caméra à haute vitesse, que les particules, sous forme de disques ou de sphères, influencent l'efficacité de flottation. Ils ont montré que les particules d'encre sous forme de disques ne s'attachent pas aux bulles d'air aussi bien que les particules sous forme sphérique.

La probabilité d'attachement des particules sous forme de disques est donc beaucoup plus faible que les particules sous forme de sphères.

### **2.3.1 Surfactants et agents collecteurs**





Parce que la chimie de surface est l'un des facteurs les plus importants dans la détermination de l'efficacité de la flottation, il est important d'en connaître davantage sur les phénomènes spécifiques prenant place à l'interface encre/solution. Plus spécifiquement, les surfactants peuvent par leur présence causer des changements et même renverser les propriétés de surface [24]. Ces caractéristiques permettent leur utilisation comme des collecteurs pour le désencrage par flottation ou comme des agents dispersants pour le désencrage par lavage. Les surfactants sont ajoutés à la suspension pour créer une couche savonneuse stable et pour promouvoir le développement de petites bulles et aider l'attachement des particules d'encre sur celles-ci [23].

Le surfactant possède une structure moléculaire caractéristique à caractères hydrophobe et hydrophile. La section hydrophobe est constituée d'une chaîne de carbone, tandis que le côté hydrophile est conçu à partir de chaînes ioniques et polaires. De plus, les surfactants peuvent être divisés en composés ioniques et non-ioniques. Les surfactants non-ioniques ne forment qu'une catégorie. Ils ne s'ionisent pas dans l'eau et leur solubilité est affectée par leur caractère hydrophile. L'avantage des surfactants non-ioniques réside dans le fait qu'ils sont indépendants de la dureté de l'eau durant leur application. Les surfactants ioniques sont divisés en trois catégories: anioniques, cationiques et amphotères. Les surfactants anioniques ont un ou plusieurs groupes qui sont dissociés dans une solution aqueuse et libèrent des ions de charges positives. Les surfactants cationiques réagissent à l'opposé. C'est à dire que les anions sont relâchés et leur activité de surface est produite par le jumelage de la partie cationique et de la chaîne carbonique.



Les surfactants amphotères dissociés dans une solution aqueuse, soit des composants possédant des propriétés anioniques ou cationiques, dépend de l'environnement alcalin ou acide. Le tableau 2.2 illustre les catégories de surfactants et agents collecteurs.

**TABLEAU 2.2** Surfactants et agents collecteurs [26]

Composés ioniques			Composés non-ioniques
			
<b>Anionique</b> Sulfonates Sulfates Carboxylates Phosphates	<b>Cationique</b> Ammonium Pyridinium Sulphoxonium	<b>Amphotère</b> Acides amino-carbonés	<b>Non-ioniques</b> Acylamid- Acylamin- -Polyglycoléthers Alcanolamides

Epplé *et al.* [24] ont rapporté l'importance des propriétés électrostatiques (potentiel zéta) et de mouillabilité (angle de contact) pour une encre xérographique donnée en contact avec un surfactant. Les effets de surfactants anioniques, non-ioniques et cationiques sur le potentiel zéta ont été étudiés. Ils ont trouvé une forte adsorption spécialement pour les composés à longues chaînes de carbone. En sachant que les encres xérographiques sont à peu près électriquement neutres [24], les auteurs supposent que beaucoup de surfactants, selon leur propre charge, peuvent s'adsorber parce que les forces importantes sont les interactions hydrophobes entre la surface de l'encre et les chaînes d'hydrocarbure. Cette sorte d'adsorption rend les particules d'encre plus hydrophiles parce que leur tête polaire est orientée vers la solution. Comme seulement les particules hydrophobes peuvent être flottées, un excès d'adsorption de surfactant devrait diminuer les performances de flottation [24]. Panek *et al.*, [23] rapportent aussi qu'un excès de surfactant diminue l'angle de contact entre la particule et la bulle diminuant ainsi l'efficacité d'enlèvement des grosses particules.

### 2.3.2 Physico-chimie du désencrage par flottation

Pour mieux comprendre les mécanismes qui contrôlent le procédé de flottation, des approches par la thermodynamique du mouillage et la thermodynamique de l'adsorption sont explorées.

#### A) Thermodynamique du mouillage

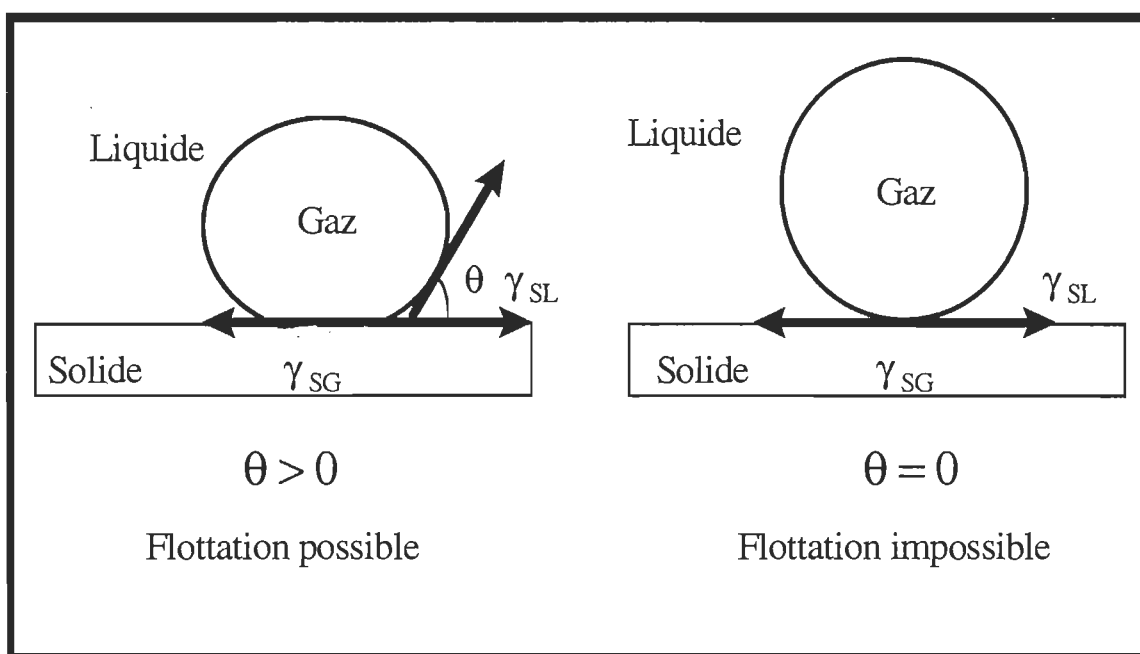
Pendant le procédé de flottation, les particules solides entrent en collision avec les bulles d'air. Le contact entre ces deux corps demeure un facteur déterminant pour l'efficacité d'une cellule de flottation. La condition première pour qu'un contact entre les deux corps ait lieu, réside dans le fait d'un changement d'énergie libre,  $\Delta G$ , durant l'attachement. La variation d'énergie libre produit par le passage d'un état de surface liquide-solide à solide-gaz est représenté par la relation de Dupré:

$$\Delta G = \gamma_{SG} - (\gamma_{SL} + \gamma_{LG}) < 0 \quad [2.1]$$

d'où,  $\gamma_{SG}$ ,  $\gamma_{SL}$ ,  $\gamma_{LG}$  sont respectivement les tensions interfaciales en dyne/cm aux interfaces solide/gaz, solide/liquide et liquide/gaz. La condition thermodynamique qui définit le contact simultané de 3 phases (solide, liquide, gaz) est représenté par l'équation de Young:

$$\gamma_{SG} - \gamma_{SL} = \gamma_{LG} \cos \theta \quad [2.2]$$

d'où  $\theta$  représente l'angle de contact dans la phase liquide. Une représentation d'un système à trois phases avec un angle de contact est illustrée à la figure 2.7.



**FIGURE 2.7** Schéma d'un système à 3 phases avec un angle de contact entre la bulle d'air et un solide dans un environnement aqueux [27]

En regroupant les équations 2.1 et 2.2 ci-dessus, il est possible d'obtenir une relation entre l'énergie libre et l'angle de contact:

$$\Delta G = \gamma_{LG} (\cos \theta - 1) \quad [2.3]$$

Ainsi, l'équation 2.3 indique que pour une valeur finie de l'angle de contact, il y aura une énergie libre qui diminuera lorsqu'un attachement d'une particule à une bulle est réalisé. De plus, pour qu'une particule puisse être emportée par une bulle d'air, il est requis que l'angle de contact soit positif ( $0 < \theta \leq 90$ ). Si l'angle de contact est nul, il n'y a pas de flottation mais plutôt mouillage de la particule par l'eau. De la dernière relation entre  $\Delta G$  et  $\theta$ , on peut constater que lorsque  $\Delta G = 0$ ,  $\theta = 0$  et la flottation des particules n'est plus possible. Toutefois, lorsque  $\Delta G < 0$ ,  $\theta > 0$  et la flottation des particules est ainsi possible.

Quand  $\theta > 0$ , un contact stable des trois phases s'établit [27]. Donc, pour que la flottation puisse être réalisable, il faut que  $\Delta G < 0$ . Ce qui implique que la probabilité qu'une particule s'attache à une bulle sera d'autant plus élevée que la variation d'énergie libre est plus faible et par conséquent l'angle de contact est plus grand.

## **B) Thermodynamique de l'adsorption**

La mouillabilité des particules peut être contrôlée par l'addition d'un agent collecteur dans la suspension. Comme défini plus tôt, l'ajout d'un surfactant modifie les tensions interfaciales et tend à former un certain angle fini. Celui-ci s'adsorbe sur toutes les interfaces disponibles et ainsi, les tensions de surface et l'angle de contact sont modifiées. La surface d'une particule originalement hydrophile est maintenant devenue hydrophobe. Ce changement indique une augmentation de l'angle de contact et une forte probabilité que la particule soit flottable. L'équation de Gibbs définit le changement de tension interfaciale à une interface donnée [17]:

$$\lambda = \frac{-1}{RT} \left( \frac{\delta\gamma}{\delta Lnc} \right)_{P,T,n} \quad [2.4]$$

d'où,  $\lambda$  représente la concentration de surface en excès (densité d'adsorption) en mole/cm<sup>2</sup>, R est la constante universelle en kPa L/mol °K, pour un système à une température donnée (T), à une pression donnée (P) et pour un nombre de mole (n). c est la concentration molaire en mole/L. Une adsorption positive de surfactant à l'interface solide/liquide indique une diminution de la tension interfaciale  $\gamma_{SL}$  et de l'angle de contact.

### 2.3.3 Cinétique de la flottation

La cinétique de la flottation implique une quantité de transfert de masse prenant place simultanément dans le temps: 1) le transfert sélectif des particules hydrophobes attachées aux bulles de la suspension à la couche savonneuse, 2) le transfert non-sélectif des particules hydrophiles et hydrophobes de la suspension à la couche savonneuse par entraînement hydraulique, 3) le retour en arrière des particules de la couche savonneuse à la suspension et, 4) le transport des particules de la couche savonneuse en dehors de la cellule.

En pratique, il est souvent plus utile de comparer le comportement de la flottation, pour différents types de particules, à partir de la mesure du taux global de la flottation des différentes grosseurs des particules. Par analogie avec la cinétique chimique, on suppose que le taux suit une équation de la forme [4]:

$$dC/dT = -kC^n C_b^m \quad [2.5]$$

d'où  $C$  et  $C_b$  représentent, respectivement, la concentration en particules de grosseur fixe (mg/l) et la concentration en bulles (mg/l);  $n$  et  $m$  étant les ordres de la cinétique,  $T$  est le temps de flottation (seconde) et  $k$  est la constante de temps (1/ seconde). Si le débit d'air est constant et assez élevé pour assurer que le changement de la concentration en bulle est négligeable et qu'une surface libre des bulles est toujours disponible, alors l'expression du taux pour une cinétique du premier ordre s'écrit:

$$dC/dT = -kC \quad [2.6]$$

Après intégration, l'expression du taux devient:

$$\ln C_0/C = kT \quad [2.7]$$

d'où,  $C = C_0$  au temps zéro et représente la concentration initiale de matière dans la cellule. L'hypothèse d'un mécanisme du premier ordre a déjà été questionnée par Arbiter [28] et il semble que celui-ci reste valable pour ce type de cinétique [29].

Dans toute suspension, certaines fractions du matériel alimenté semblent être inflottables. Ainsi, une équation du premier ordre modifiée avec un paramètre ajustable,  $C_\infty$ , a été proposée [30]:

$$dC/dT = -k(C - C_\infty) \quad [2.8]$$

où  $C_\infty$  est la concentration finale de matière à flotter. La forme intégrée de l'équation 2.8 est exprimée ainsi:

$$\ln (C_0 - C_\infty)/(C - C_\infty) = kT \quad [2.9]$$

d'où  $C = C_0$  à  $T = 0$ . La valeur de  $C_\infty$  peut être mesurée à partir d'une flottation prolongée mais une méthode plus convenable est de porter en graphique  $\ln (C_0 - C_\infty)/(C - C_\infty)$  en fonction du temps. Par l'essai de valeur de  $C_\infty$ , il s'agit d'appliquer la méthode de la droite des moindres carrés. La procédure est répétée jusqu'à l'obtention de la meilleure droite.

Quelques précautions doivent être prises avec l'interprétation du taux constant qui n'est pas réellement une constante, puisqu'elle change avec la dimension de la particule et le débit de gaz.

Dans la flottation minérale, le taux constant augmente avec l'augmentation du débit de gaz pour atteindre un maximum, après quoi une augmentation supplémentaire du taux d'aération réduit le taux constant de la flottation.

Alors, la mesure du taux constant devrait être vue comme un facteur de proportionnalité ce qui est plus simple pour la comparaison de la flottabilité relative de matières différentes sous des conditions données [4].

Le vrai défi de la flottation est de prédire le taux constant à partir d'interactions physico-chimiques connues entre populations différentes de bulles et de particules sujettes à différentes conditions d'écoulement. Une approche utilisée, pour mieux comprendre le procédé de flottation, est de considérer la flottation comme un macro-procédé avec plusieurs micro-procédés qui ont lieu simultanément et consécutivement dans le temps et l'espace. L'efficacité de la flottation est alors une fonction de la probabilité du succès des collisions entre particules et bulles,  $P_c$ , de l'adhésion des particules aux bulles,  $P_a$ , du détachement de la particule d'avec la bulle,  $P_d$ , et des particules flottées retenues dans la couche savonneuse avant son enlèvement de la cellule,  $P_r$ . L'équation du taux peut être exprimée comme suit [4]:

$$dC/dT = -(ZP_cP_a(1-P_d)P_r)C \quad [2.10]$$

d'où  $Z$  est le nombre de collisions par unité de temps.

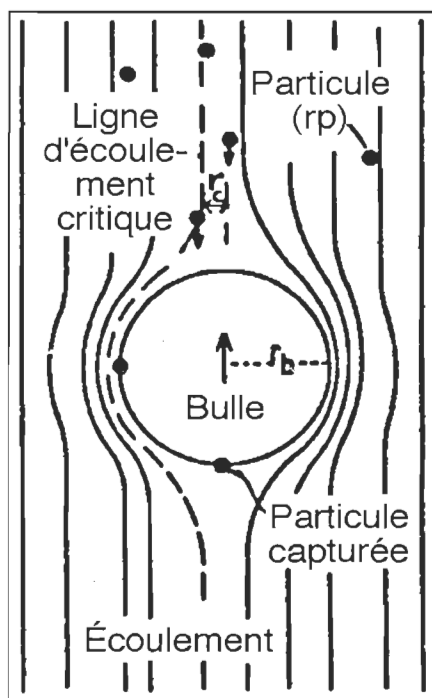
Le premier terme,  $P_c$ , est en relation avec les conditions hydrodynamiques dans la cellule et le second,  $P_a$ , dépend des forces de surface. Pour une cellule de flottation avec une pâte dense qui contient une quantité de particules d'encre, toutes ayant leur propre plage de taille de particule, une plage de taille de bulle d'air, et le tout sujet à une violente turbulence, il est difficile d'obtenir une théorie quantitative de ces probabilités. Toutefois, trois caractéristiques principales peuvent être perçues pour le premier terme [31]:

A) Avec des particules et des bulles plus grosses, les collisions dépendent grandement des effets inertiels.

B) Avec de petites particules et des bulles de grosseur moyenne, les collisions entre particules-bulles ont lieu par sédimentation des particules rencontrant les bulles qui montent.

C) Les plus petites particules seront transportées le long des lignes d'écoulement et ne pourront pas rencontrer les bulles à moins qu'elles traversent les lignes d'écoulement en faisant un mouvement brownien qui se fait par diffusion.

La théorie hydrodynamique définit que les particules suivront les lignes d'écoulement près de l'avant de la bulle à moins qu'elles ne traversent ces lignes par sédimentation. En conséquence, les particules qui sont situées originalement à l'intérieur d'un certain rayon critique,  $R_c$ , d'un axe central vertical de la bulle, peuvent entrer en collision avec elles; et  $R_c$  dépend des facteurs hydrodynamiques calculables comme, le taux d'élévation de la bulle et du taux de précipitation des particules. La figure 2.8 illustre ces propos.



**FIGURE 2.8** Trajectoire des petites particules autour d'une bulle d'air qui s'élève dans une suspension aqueuse [31]



## CHAPITRE 3

### EXPÉRIMENTATIONS

#### 3.1 Matériel

##### A) Papier

Les vieux papiers photocopiés utilisés proviennent de la bibliothèque de l'université. Ils ont été imprimés par des photocopieurs Xérox et Ricoh FT 6620. La blancheur de ces vieux papiers atteint en moyenne 85% ISO avant impression. La composition chimique des encres xérogaphiques utilisées pour le photocopieur Ricoh Ft 6620 est énumérée au tableau 3.1. Les détails sur la composition chimique ont été obtenus par les informations inscrites sur les bouteilles de la compagnie.

**TABLEAU 3.1** Composition chimique des encres xérogaphiques utilisées pour le photocopieur Ricoh Ft 6620

Composants	cas no.
styrène acrylate	26655-10-7
styrène acrylate	25213-39-2
noir de carbone	1333-86-4
colorant	84179-66-8

Il n'a pas été possible d'obtenir la composition de l'encre xérox (xérox dry ink plus 5042/1040). Normalement, pour ce type d'encre, on retrouve habituellement de l'acrylate de styrène comme polymère et du noir de carbone comme pigment [14]. Les papiers utilisés sont imprimés recto seulement et ne possèdent pas tous le même pourcentage d'impression.

## B) Solvants

### *Additifs pour la trituration*

Les solvants, le phthalate de dibutyle,  $C_6H_4-1,2-[CO_2(CH_2)_3CH_3]_2$  et l'huile de banane,  $CH_3CO_2C_5H_{11}$  sont deux substances polaires qui ont été utilisées pendant la trituration à différentes concentrations. Le premier a servi à former le design expérimental tandis que le second a été utilisé pour l'optimisation de la concentration en produit chimique. Ils sont utilisés dans le but de faire gonfler et de dissoudre le liant synthétique dans l'encre.

### *Additifs pour la flottation*

Un surfactant non-ionique a été utilisé comme agent moussant lors de la flottation. On pense qu'il est composé d'oxyde d'éthylène terminé par un amide. Ce type de surfactant a déjà été utilisé par Vidotti *et al.* [7].

## 3.2 Méthode

### 3.2.1 Caractérisation des encres et du surfactant

#### A) TGA ("Thermogravimetric analysis")

La thermogravimétrie consiste à étudier la variation de poids d'une substance en fonction de la température. Une analyse thermogravimétrique est effectuée pour les rejets de la flottation. Le but de cette analyse est de déterminer la quantité de noir de carbone, de polymère et de  $CaCO_3$  présente dans la composition initiale de l'encre. Comme l'explique Dorris et Sayegh [14], le principe de base de cette technique repose sur l'enregistrement simultané des courbes thermogravimétriques (TG), différentielles TG (DTG) et d'analyses thermiques différentielles (DTA).

Environ 30 mg d'échantillons secs des rejets en provenance de la flottation fut recueilli et déposé sur une microbalance. Un four à haute température est employé pour permettre la décomposition de l'échantillon.

Tout d'abord, celui-ci est chauffé à partir de 30°C jusqu'à 700°C à un taux de 40°C/min sous atmosphère d'azote. La perte de poids entre environ 250 et 500°C correspond à la décomposition et à la volatilisation du polymère ainsi que des ingrédients mineurs tels les résines et autres composés organiques. Après une décomposition complète du polymère, l'échantillon est refroidi, au même taux, jusqu'à 100°C sous atmosphère d'azote. Aussitôt cette température atteinte, de l'oxygène est introduit dans la chambre de combustion et l'échantillon est réchauffé, au taux de 40°C/min, jusqu'à 900°C. La combustion des matières inorganiques, tels l'oxyde de fer et la silice ont lieu durant cette dernière étape de décomposition. Étant donné que le pourcentage de matière organique compte pour moins de 4% du poids de l'encre, la perte de poids entre 250 et 650°C donne une bonne approximation de la quantité de polymère[14]. Les expériences ont été accomplies par l'utilisation d'un analyseur thermogravimétrique de type Perkin-Elmer modèle TGA 7.

#### B) Spectroscopie FT-IR (InfraRouge à Transformée de Fourier)

Une analyse par FT-IR du surfactant est effectuée pour tenter d'identifier la structure des composés présents. Pour permettre au spectromètre de mesurer la présence d'un groupe chimique particulier dans une molécule, l'introduction d'une quantité de surfactants entre deux pastilles de NaCl est nécessaire avant de les placer dans l'appareil. Cette procédure permet de déterminer les bandes d'absorption dans l'infrarouge. L'appareil utilisé est le modèle 2000 de Perkin-Elmer. La plage de longueurs d'onde s'étend de 500 à 4000  $\text{cm}^{-1}$ . À partir du graphique de l'intensité d'absorption en fonction de la longueur d'onde, des bandes d'absorption permettent d'identifier les principaux groupements fonctionnels qui y sont présents.

#### **3.2.2 Trituration et Flottation**

L'opération de trituration réalisée dans le tritrateur planétaire utilise typiquement 56g de papier sec déchiqueté.

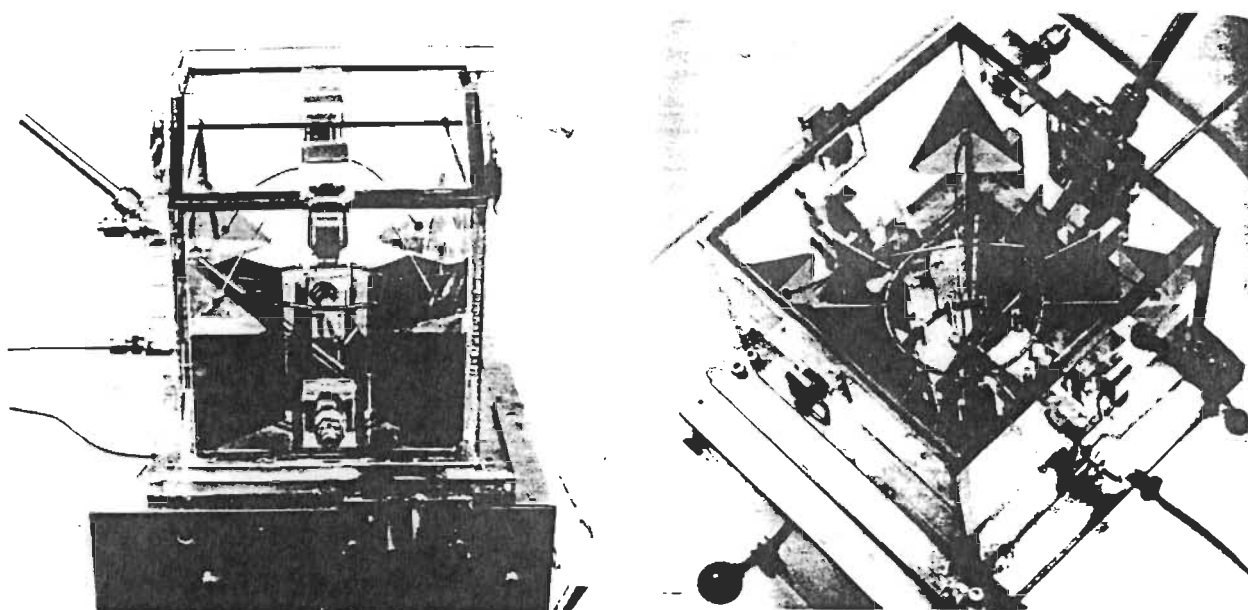
De l'eau non déminéralisée est ajoutée avec ou sans période de trempage. L'eau est chauffée à la température voulue selon les conditions d'opération et, le NaOH à 0,1N est utilisé pour ajuster l'alcalinité de l'eau à un pH d'environ 10.

Le HCl à 1N est utilisé pour ajuster le pH dans la région acide. Les produits chimiques employés, selon le cas, sont ajoutés en même temps que l'eau chaude. L'appareil planétaire peut tourner à des vitesses de 300 rpm à 575 rpm. À l'aide de ce trituteur, la consistance minimale atteinte est de 6,5% à sa révolution maximale. Le volume total du réservoir est de 3,5 litres. Le temps de trituration principalement utilisé est de 30 minutes. Étant donné l'utilisation de petites quantités de pâte et une haute révolution du trituteur, l'éclaboussement de la pâte vers le haut de l'enceinte oblige à l'utilisateur d'arrêter, à tous les 5 minutes, l'appareil pour redescendre la pâte dans le bas du réservoir et permettre ainsi une meilleure uniformisation du mélange.

Pour ce qui est du trituteur hélicoïdal, une quantité de 1kg de pâte déchiquetée à la main sur une base humide est utilisée. L'eau non déminéralisée est soutirée d'un réservoir chauffé à 90°C. Une vitesse d'agitation de 2400 rpm et un temps de trituration de 30 minutes ont été choisis. Aucun produit chimique, mis à part le NaOH à 0,1N, n'est utilisé.

Une fois la trituration terminée, la pâte est diluée à 0,8% de consistance avec de l'eau non déminéralisée. La température de l'eau de dilution utilisée est d'environ 40°C. À ce mélange, on ajoute 0,25% de surfactant sur une base sèche. On place le tout dans une cellule de flottation Leeds. La cellule est de base carrée et possède un volume de 5 litres. À l'intérieur de cette cellule des chicanes triangulaires en plexiglass reposent sur une base en acier inoxydable permettant ainsi une meilleure turbulence du matériel (mouvement toroïdal). À cette base s'ajoute une extension inclinée en plexiglass de 1,5 litres. Cette extension diminue la quantité de mousse qui peut s'y former, tout en permettant une meilleure stabilisation de celle-ci.

Le temps de flottation total est de 8 minutes, incluant 2 minutes d'agitation sans présence d'air. La pâte est agitée à 1200 rpm. À l'aide d'un tube dont l'une des extrémités touche le fond de la cellule, l'air peut être introduit dans la cellule à un taux de 3 L/min. À intervalles réguliers, la mousse est enlevée du haut de la cellule par raclage manuel à l'aide d'un racleur en téflon dont la largeur est la même que l'extension inclinée. La mousse humide recueillie est conservée pour des analyses ultérieures. La figure 3.1 illustre la cellule de flottation utilisée. Ce type de cellule a déjà été utilisé par plusieurs chercheurs [3, 14, 32]. Un aperçu du diagramme d'écoulement utilisé pour le désencrage de vieux papiers de bureau est illustré à la figure 3.2.



**FIGURE 3.1** Cellule de flottation Leeds

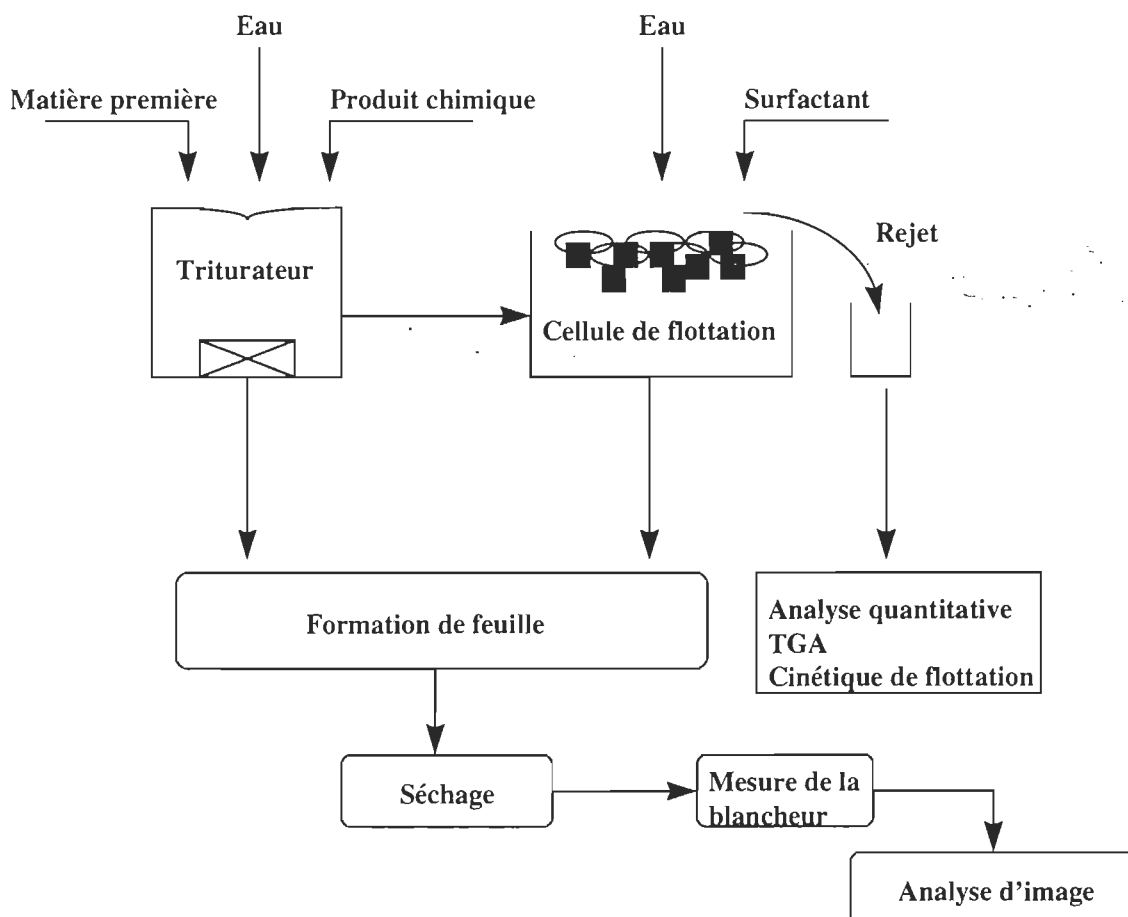


FIGURE 3.2 Diagramme d'écoulement

### 3.2.3 Analyses statistiques préliminaires pour la trituration

L'analyse statistique, qui a pour objet de développer un modèle empirique, permet de décrire l'influence d'une ou de plusieurs variables sur d'autres. Ainsi, il est possible de déterminer s'il existe une relation statistique entre ces variables. Ce type d'analyse s'appelle analyse de régression et permet entre autres d'obtenir des estimations de valeur moyenne ou de prévisions de valeurs individuelles d'une variable à partir des valeurs d'une autre variable [33]. Le modèle de régression linéaire multiple est celui utilisé. L'analyse de l'influence des variables indépendantes sur les variables dépendantes est réalisée à l'aide d'un programme de régression.

Le modèle de régression multiple s'écrit:

$$Y_i = \beta_0 + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \dots + \beta_k X_k + \varepsilon \quad [3.1]$$

d'où les paramètres  $\beta_0, \beta_1, \beta_2, \dots, \beta_k$  sont les coefficients de régression du modèle,  $Y_i$  est la variable dépendante et  $X_1, X_2, \dots, X_k$  sont les variables indépendantes.  $\varepsilon$  est appelé erreur résiduelle et dénote la fluctuation aléatoire non observable attribuable à un ensemble de facteurs ou de variables non pris en considération dans le modèle que nous ne savons pas identifier [33].

Tout comme dans le cas de la régression linéaire simple, la méthode des moindres carrés s'avère un recours fiable pour obtenir les estimations des différents paramètres du modèle de régression multiple. Toutefois, le système d'équation devient rapidement lourd à résoudre. Pour cette raison, une étude de régression multiple ne peut s'effectuer dans la plupart des cas, sans avoir recours à un ordinateur. Le logiciel utilisé est "statgraph" version 6.0.

Pour évaluer la qualité de l'ajustement linéaire de l'équation de régression entre la variable dépendante  $Y$  et l'ensemble des variables indépendantes, on a recours au coefficient de détermination multiple, noté  $R^2$ . Sa définition est analogue à celle utilisée en régression linéaire simple soit:

$$R^2 = SCR/SC_{RES} \quad [3.2]$$

d'où,  $SCR$  est la somme des carrés due à la régression et  $SC_{RES}$  est la somme des carrés due à la variation résiduelle ou inexpliquée par l'équation.  $R^2$  se situe toujours entre 0 et 1 inclusivement. Plus le coefficient est près de 1, plus la fluctuation des variables dépendantes autour de la moyenne est expliquée par les variables indépendantes. C'est à dire que plus  $R^2$  tend vers 1, plus la corrélation entre les variables est élevée.

### **Méthodologie du modèle étudié**

La démarche suivie se divise en 3 parties successives. Ces trois parties consistent en premier lieu en un criblage des facteurs. Une fois les relations mathématiques obtenues, l'étude quantitative des facteurs et des réponses a été réalisée. L'optimisation des facteurs fut la dernière partie.

#### **Criblage des facteurs**

Lorsqu'on aborde un problème qui dépend d'un certain nombre de facteurs expérimentaux, on ignore souvent l'influence que chacun d'eux peut avoir sur la réponse étudiée. Le criblage des facteurs consiste à faire un choix arbitraire à partir de facteurs subjectifs, reculant devant le nombre d'expériences qu'on imagine à partir des seules données dans l'analyse combinatoire. Cette recherche des seuls facteurs influents s'appelle criblage. Les différents paramètres, dont on étudie l'influence de manière expérimentale, sont des facteurs ou variables indépendantes. Pour pouvoir comparer entre eux l'importance des paramètres, on préfère ne pas utiliser les variables naturelles (vitesse, température, concentration, etc.) dont les valeurs numériques dépendent des unités. Pour pallier à cette difficulté, on utilise des variables centrées réduites ou variables codées dont l'origine est au centre du domaine expérimental. Les variables codées ainsi obtenues sont des nombres sans dimension, indépendants des unités et directement comparables entre eux [34].

Avant toute étude, il faut définir le domaine dans lequel on doit travailler, c'est à dire les limites entre lesquelles chaque facteur expérimental va opérer. À partir de l'espace où peuvent opérer les facteurs, on déterminera le domaine expérimental possible, du fait des contraintes théoriques, expérimentales et techniques.



À l'aide de la littérature certains facteurs choisis pour la trituration furent vérifiés afin de mieux voir leur effet selon deux réponses principales: la blancheur d'une part et la quantité de taches d'encre résiduelle dans la pâte, d'autre part. Aussi, pour ces facteurs, une plage de valeurs a été établie, selon la disposition des équipements en laboratoire. Un "Screening design" à l'aide du logiciel "statgraph" fut employé pour obtenir un plan expérimental de 34 expériences à partir de 6 facteurs à l'étude (variables indépendantes).

Ces 6 facteurs sont:

- 1- Le temps de rétention de la pâte (TR) ou temps de trempage avant trituration
- 2- Le pH de la pâte durant la trituration
- 3- La vitesse d'agitation du triturateur (RPM)
- 4- Le temps de trituration (TT)
- 5- La concentration en solvant (CS)
- 6- La température de l'eau ajoutée (TEA)

Pour pouvoir obtenir une combinaison factorielle de ces 6 facteurs, des valeurs maximales, minimales et moyennes ont été choisies dans chacun des cas. Ces valeurs sont codifiées par le logiciel et représentent respectivement les termes -1, +1 et 0. Le tableau 3.2 représente les valeurs utilisées pour le plan expérimental.

**TABLEAU 3.2** Valeurs utilisées pour les facteurs  
du plan expérimental

<b>Facteurs</b>	<b>Valeurs maximales (-1)</b>	<b>Valeurs minimales (+1)</b>	<b>Valeurs moyennes (0)</b>
TR	24 heures	0 heure	12 heures
pH	10	4	7
RPM	575	300	435
TT	60 minutes	10 minutes	30 minutes
CS (sur une base sèche)	10%	0%	5%
TEA	90°C	30°C	60°C

### 3.2.4 Évaluation du procédé

#### A) Préparation des feuilles de papier

Des échantillons de pâte sont prélevés avant et après flottation pour fabriquer des feuilles de laboratoire. Pour chaque échantillon, 2 feuilles de 4g destinées à la mesure des propriétés optiques et 2 feuilles de 1g destinées à l'analyse d'image sont fabriquées à partir des procédures standardisées de TAPPI 205om-88. Toutefois, les feuilles de 1g ne sont pas standardisées et ne sont pas utilisées pour toutes les analyses d'image. Pour ce qui est des propriétés mécaniques, 5 feuilles de 1,2g ont été préparées.

#### B) Propriétés optiques

Après avoir été séchées 24 heures dans une chambre à humidité contrôlée, les 2 feuilles de 4g sont maintenant prêtes pour les mesures optiques. La blancheur est déterminée par l'utilisation de l'appareil Technibrite micro TB-1C. La blancheur se définit comme étant la quantité de lumière, d'une longueur d'onde de 457nm, qu'une feuille de papier réfléchit à un angle de  $90^\circ$  par rapport au rayon incident lorsque la source lumineuse forme un angle de  $45^\circ$  avec la feuille [35]. La présence de contaminants sur la surface du papier diminue sa blancheur. De plus, la différence en distribution de taille des encres, qui se retrouvent sur le papier, implique un changement dans la blancheur pour chaque cas. Par exemple, si l'on mesurait la blancheur d'un échantillon donné qui possède une grosse particule d'encre, la blancheur serait beaucoup plus faible si l'on divisait cette même particule en une multitude de petites particules.

#### C) Propriétés mécaniques [35]

Pour mieux comparer les résistances du papier en provenance des deux tritrateurs utilisés, la longueur de rupture, la résistance à la déchirure et la résistance à l'éclatement des échantillons ont toutes été mesurées.

i) Longueur de rupture

La longueur de rupture est une mesure de la résistance du papier face à une tension directe, elle se définit comme la longueur d'une bande de papier requise qui peut causer sa rupture sous son propre poids. L'appareil utilisé est le Instrom et l'unité mesurée est le kilomètre. Cette mesure a été réalisée grâce aux procédures standardisées de TAPPI T494 om-88.

ii) Résistance à la déchirure

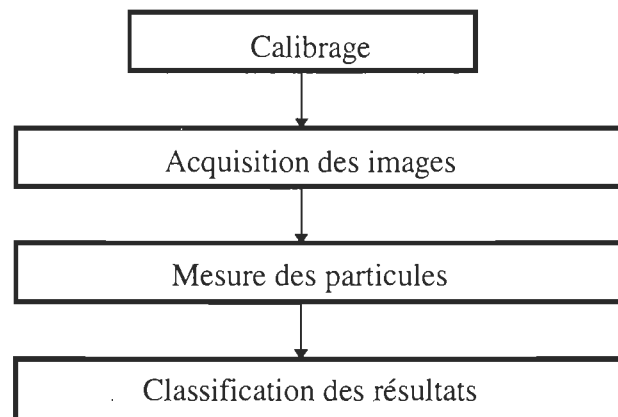
La résistance à la déchirure a pour objet de mesurer cette résistance à un nombre déterminé (5) d'éprouvettes superposées et préalablement taillées, en exerçant un effort perpendiculaire au plan des éprouvettes. L'indice de déchirure est un quotient du travail de déchirement déterminé dans des conditions de l'essai normalisé. L'appareil utilisé est le Elmendorf, l'unité mesurée est en gramme-force et celle calculée est l'indice de déchirure en milli-newtons. Cette mesure a été réalisée selon les procédures standardisées de TAPPI T414 om-88.

iii) Résistance à l'éclatement

La résistance à l'éclatement est la pression hydrostatique nécessaire pour rompre la surface circulaire d'un échantillon. Cette pression est appliquée grâce à un diaphragme se gonflant à un taux constant uniforme. La valeur de la résistance de l'éclatement représente la pression maximale requise pour rompre l'échantillon à l'endroit du moindre allongement. La résistance à l'éclatement représente la résistance limite d'une éprouvette de papier soumise jusqu'à rupture à une pression uniformément répartie, exercée perpendiculairement à sa surface dans les conditions de l'essai normalisé. L'appareil utilisé est le Mullen, l'unité mesurée est en lbf/po<sup>2</sup> et l'unité calculée est l'indice d'éclatement en kPa. Cette mesure a été déterminée à partir des procédures standardisées de TAPPI T403 om-85.

#### D) Analyse d'image

L'analyse d'image est la technique analytique principale utilisée pour la caractérisation des particules macroscopiques et microscopiques (encre, matières collantes) sur une feuille de laboratoire. Un analyseur d'image comprend un moniteur et un ordinateur pour le fonctionnement du logiciel d'analyse d'image (Ultimage Graftek France, image grabber 1.16), pour l'acquisition de l'image et la compilation des données (Excel). Ce système comprend aussi un processeur d'image qui envoie l'image captée, par le microscope, à l'ordinateur. Finalement, un microscope optique de la compagnie Zeiss muni d'une caméra couleur de type COHU CCD permet de visualiser les encres sur la feuille de laboratoire et l'acquisition de l'image par réflexion de rayons lumineux sur la surface de la feuille en une image utilisable par le processeur d'image. Le processus d'analyse des encres par analyse d'image est illustré à la figure 3.3.



**FIGURE 3.3** Processus d'analyse des encres par analyse d'image

##### 1) Calibrage

Le microscope est ajusté à 2,5X avec grossissement double. Une charte TAPPI d'estimation de surface de points d'encre est utilisée pour calibrer l'appareil [36]. À l'aide d'une règle micrométrique, on peut réaliser ce calibrage.

Pour la programmation, le calibrage d'échelle se fait en mesurant le diamètre d'un point choisi sur la charte. L'ordinateur calcule la longueur en pixel. Ce calcul sert ensuite de base pour les calculs ultérieurs.

## 2) Acquisition de l'image

Le traitement de l'image acquise s'effectue en noir et blanc, soit en fonction des niveaux de gris qui sont définis par le niveau 0 pixel qui est le noir total et soit 255 pixels qui représentent le blanc. Dans notre étude, l'aire de recouvrement des particules est le paramètre calculé par analyse d'image. La mesure est réalisée en choisissant 15 champs par feuille pour tout encre ayant une grosseur minimale de 150 microns. La sommation des aires de chaque particule détectée fut calculée, ce qui correspond à l'aire totale des particules sur la surface de la feuille.

## 3) Mesure des particules

Les paramètres mesurés pour l'aire de recouvrement des particules sont représentés par le diamètre des particules ("Waddel disk diameter") et l'aire des particules. Un diamètre minimum de 150 microns à été choisi puisqu'à cet ordre de grandeur la définition des points d'encre est bien visible à l'oeil nu.

## 4) Classification des résultats

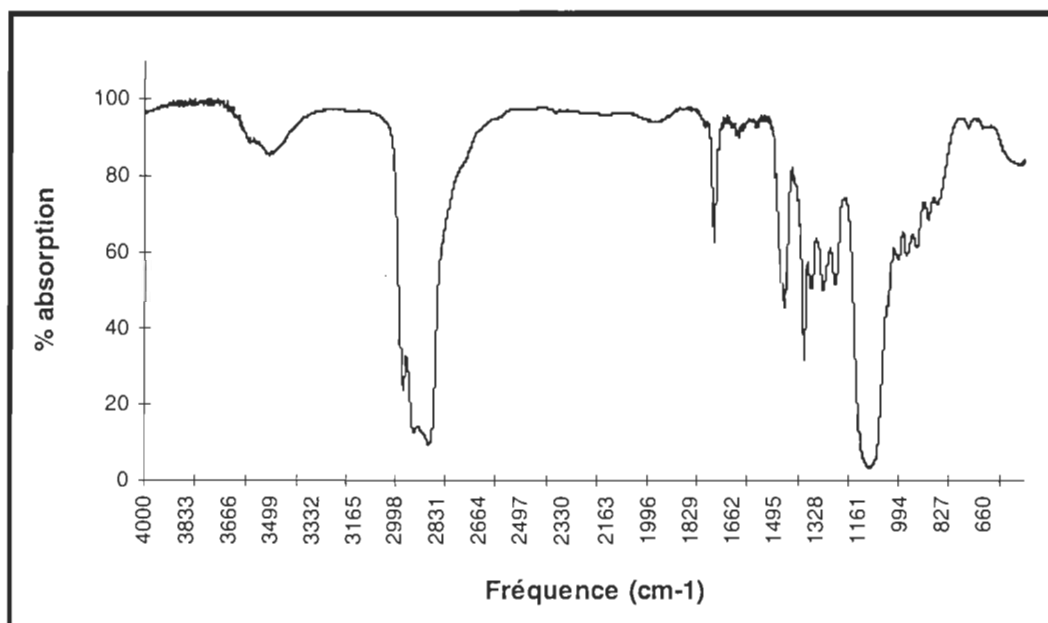
L'aire de recouvrement est un indice de la propreté de la feuille de papier. On la mesure en  $\text{mm}^2/\text{m}^2$ .

## CHAPITRE 4

### RÉSULTATS ET DISCUSSIONS

#### 4.1 Caractérisation du surfactant par FT-IR

Le spectre FT-IR du surfactant est illustré à la figure 4.1



**FIGURE 4.1** Spectre FT-IR du surfactant

Le spectre FT-IR de la figure 4.1, permet d'identifier les bandes d'absorption et par conséquent la composition du surfactant. La forte bande dans la région de  $2900\text{ cm}^{-1}$  est attribuable au groupement  $\text{CH}_2$ . Vers  $1735\text{ cm}^{-1}$ , on identifie une bande apparentée à un groupement amide. La région de  $1110\text{ cm}^{-1}$  illustre une bande importante qui présente également un groupement amide. Entre  $1400$  et  $1200\text{ cm}^{-1}$ , il y a présence de groupements éther. Vers,  $1500\text{ cm}^{-1}$ , la bande est attribuable aux alcanes ( $\text{CH}_2$  et  $\text{CH}_3$ ). Ainsi, la composition chimique probable du surfactant semble être un polyéther ou un oxyde de polyéthylène avec la présence de groupements amides.

## 4.2 Analyses statistiques de la trituration pour le "design" expérimental

La combinaison factorielle du plan expérimental est représentée en annexe A et la variable dépendante mesurée est la blancheur. L'analyse de régression multiple pour ces 34 expériences donne l'équation suivante:

$$\text{Blancheur} = 71,09 - 9,905CS \quad [4.1]$$

et  $R^2 = 0,72$

Cette équation indique que la concentration en solvant est la variable indépendante qui influence le plus la blancheur. Au cours des expériences, l'ajout du phthalate de dibutyle, qui a seulement été utilisé pour le plan expérimental, diminuait grandement la blancheur. Toutefois, cette équation masque l'influence des autres variables, diminuant ainsi la validité de l'équation. Lorsqu'on augmente la concentration en solvant, la blancheur diminue, une relation plus globale doit être trouvée. Aussi, la valeur de 10% est trop élevée et le phthalate de dibutyle disperse trop l'encre, ce qui diminue beaucoup la blancheur. Il faut considérer une concentration plus faible pour réduire la dispersion et obtenir une équation où la blancheur tient compte d'autres facteurs.

### 4.2.1 Sélection des paramètres

Le premier critère de sélection de base est la blancheur. D'après les résultats d'analyse de régression, les valeurs des facteurs (maximales, minimales ou moyennes) selon qu'ils affectent la blancheur positivement ou négativement seront choisis. Le deuxième critère de sélection est l'aire de recouvrement des particules d'encre. Celui-ci influence la blancheur puisque la problématique est davantage reliée aux taches d'encre visibles restantes qu'à la blancheur. Les facteurs qui peuvent donner une aire plus faible seront considérés. Toutefois, il faut faire en sorte que la sélection des facteurs donne une aire de recouvrement plus faible, c'est à dire une quantité de taches d'encre résiduelle la plus faible possible et obtenir aussi une blancheur maximale.

Pour obtenir une relation entre plusieurs variables indépendantes et dépendantes, 7 expériences parmi lesquelles 4 sont tirées du "design" expérimental furent choisies. Il s'agit des expériences #13, #14, #22 et #30. Les trois autres expériences ont été modifiées et reproduites à partir de l'expérience # 14 de l'annexe A. Il y a 6 expériences qui donnent les meilleurs résultats pour la blancheur et une autre qui, à l'inverse, tient compte d'une concentration en solvant diminuée de 10% à 2,5%. Ce qui est désiré c'est l'obtention d'une pâte dont la blancheur est élevée, tout en diminuant la quantité de taches d'encre résiduelle. Ainsi, l'aire de recouvrement des encres restantes dans la pâte a été mesurée. Ce paramètre correspond à une deuxième variable dépendante faisant l'objet d'analyses statistiques. Le tableau 4.1 illustre les conditions des facteurs choisis pour la nouvelle analyse et les valeurs des réponses obtenues.

**TABLEAU 4.1** Nouveau plan expérimental de 7 expériences

<b>Facteurs \ conditions</b>	<b>#13</b>	<b>#14</b>	<b>#14-1</b>	<b>#14-2</b>	<b>#14-3</b>	<b>#22</b>	<b>#30</b>
TR(min.)	24	24	24	24	0	0	24
RPM	575	575	575	575	575	300	575
TEA (°C)	80	30	30	80	80	30	80
pH	10	10	10	10	10	4	4
CS (%)	2,5	0	0	0	0	0	0
TT (min.)	60	60	30	30	30	10	60
<b>Réponses</b>							
Blancheur (%ISO)	70,7	83,6	84,9	85,8	82,5	82,6	84,6
Aire de recouvrement (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> )	13	13	30	34	10	40	22

#### 4.2.2 Étude quantitative des facteurs et des réponses

##### A) Blancheur

L'expression mathématique trouvée par régression multiple des sept résultats obtenus du tableau 4.1 donne la relation suivante pour la blancheur:



$$\text{Blancheur} = 76,64 - 1,08\text{TR} + 6,98\text{CS} \quad [4.2]$$

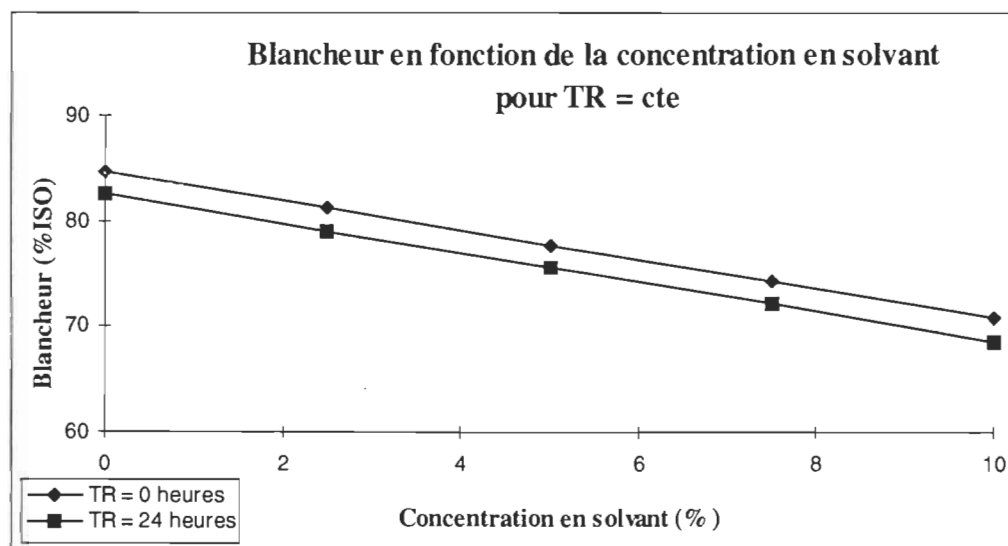
$$\text{et } R^2 = 0.98$$

Le tableau 4.2 illustre les valeurs des variables retenues avec l'erreur standardisée en valeur codifiée qui s'y rapporte.

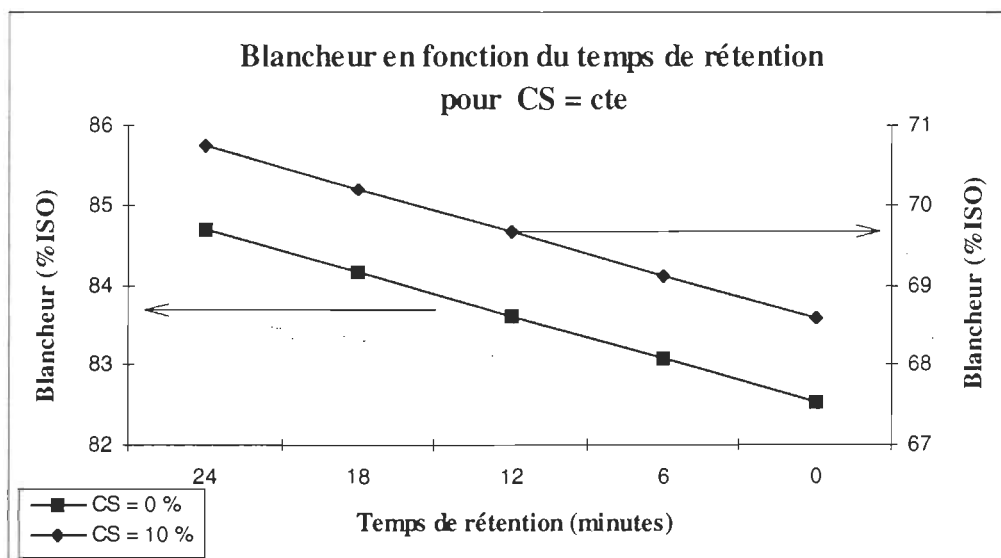
**TABLEAU 4.2** Erreur standardisée des variables retenues pour la blancheur

Variables retenues	Erreur standardisée
Constante (76,04)	0,86
TR (-1,08)	0,34
CS (6,98)	0,86

À partir de l'équation de la blancheur, on peut construire un graphique de la blancheur en fonction du temps de rétention et de la concentration en solvant pour une concentration en solvant et un temps de rétention constant. Les résultats sont présentés aux figures 4.2 et 4.3.



**FIGURE 4.2** Blancheur en fonction de la concentration en solvant (CS)



**FIGURE 4.3** Blancheur en fonction du temps de rétention (TR)

On constate que la blancheur est maximale lorsqu'il y a absence de solvant. L'emploi du phthalate de dibutyle diminue la blancheur. En effet, le but principal du solvant est de dissoudre le polymère et de le disperser dans la pâte. Ainsi, les grosses particules d'encre sont dissoutes par le solvant et on retrouve une grande quantité de petites particules d'encre dispersées dans la pâte. Ces petites particules d'encre dans la pâte diminuent sa blancheur.

De la figure 4.2, on ne remarque pas de différence importante de la blancheur pour un temps maximal ou minimal de rétention. D'autre part, pour la figure 4.3, on constate que la blancheur diminue avec la diminution du temps de rétention. Le temps de rétention est le temps total de trempage des feuilles dans l'eau avant trituration. Lorsque le temps de rétention est élevé, les feuilles ont absorbé beaucoup d'eau et sont plus faciles à désintégrer. De plus, on constate que la blancheur est plus élevée quand le temps de rétention est au maximum et tout particulièrement pour une concentration en solvant de 0%. On peut expliquer la baisse de la blancheur avec le temps de rétention par une diminution du gonflement des fibres par l'eau. Cette baisse ne modifie pas efficacement l'adhésion des encres avec les fibres. Enfin, pour l'obtention d'une blancheur élevée, on retient que le temps de rétention est de 24 heures et que la concentration en solvant est de 0%.

### B) Aire de recouvrement des particules d'encre

En se référant aux résultats du tableau 4.1, l'analyse par régression multiple de la deuxième variable dépendante (l'aire de recouvrement des particules d'encre en fonction des paramètres de trituration), donne l'expression suivante:

$$\text{Aire de recouvrement (mm}^2\text{/m}^2\text{)} = 25,1 - 9,77\text{TR} + 20,8\text{TT} \quad [4.3]$$

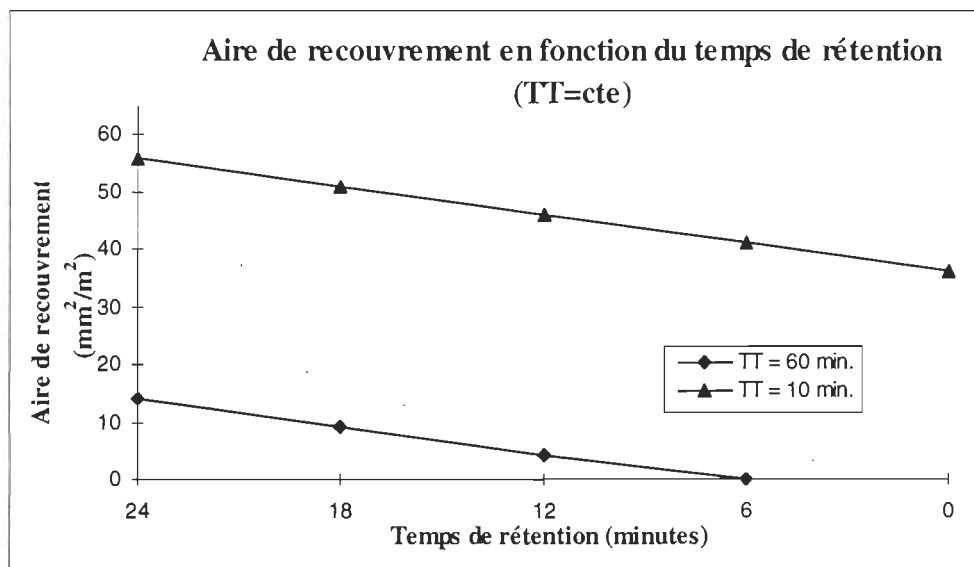
et  $R^2 = 0,97$

Le tableau 4.3 illustre les valeurs des variables retenues avec l'erreur standardisée, en valeur codifiée, pour l'aire de recouvrement.

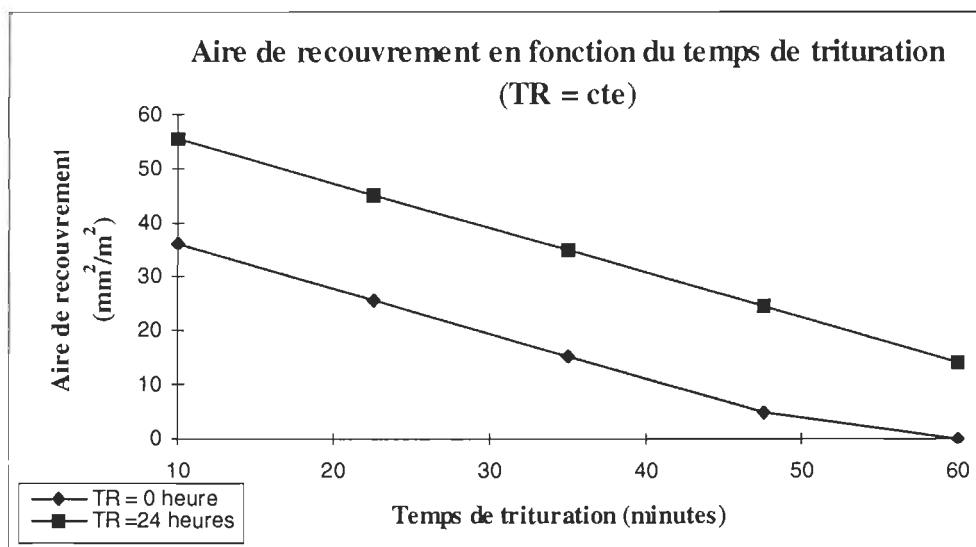
**TABEAU 4.3** Erreur standardisée des variables retenues pour l'aire de recouvrement

Variabiles retenues	Erreur standardisée
Constante (25,1)	2,52
TR (-9,77)	3,56
TT (20,8)	4,59

Comme on le constate au tableau 4.3, les erreurs standardisées des variables sont élevées. On peut expliquer ces valeurs, par le fait que la régression multiple a été effectuée pour sept expériences. Ainsi, le fait de considérer un échantillonnage plus faible amène des erreurs plus élevées comparativement à un échantillonnage qui était plus important dans le plan expérimental du départ (34 expériences). À partir de l'équation de l'aire de recouvrement, on peut construire des graphiques de l'aire de recouvrement en fonction des différents facteurs. Les figures 4.4 et 4.5 représentent les relations entre ces variables.



**FIGURE 4.4** Aire de recouvrement en fonction du temps de rétention



**FIGURE 4.5** Aire de recouvrement en fonction du temps de trituration

La figure 4.4 indique que l'aire de recouvrement est minimale quand le temps de rétention est faible et tout particulièrement pour un temps de trituration maximum. Ceci est contradictoire avec les résultats obtenus pour la blancheur. De la figure 4.5, on constate que l'aire de recouvrement est minimale quand le temps de trituration est de 60 minutes et lorsque le temps de rétention est minimal.

Pour chaque cas, un facteur de l'équation autre que celui qui est considéré (en abscisse) a été tenu constant. Ainsi, 2 valeurs (+1,-1) distinctes de ce facteur ont été choisies et l'on peut constater que l'allure des courbes est identique.

On explique les résultats des figures 4.4 et 4.5 par le fait que la longévité de la trituration permet de fragmenter à plusieurs reprises les particules pour mieux réduire leur grosseur. Lorsque le temps de rétention diminue, on remarque que l'aire de recouvrement diminue aussi. En effet, dans la plupart des cas, la température de l'eau ajoutée est de 90°C. À cette température, l'encre se ramollie et peut être plus efficacement séparée des fibres. Si on augmente le temps de rétention, la température de l'eau diminue avec le temps et l'encre n'est plus en état de ramollissement.

Jusqu'ici, on remarque que la révolution du tritrateur (RPM), le pH et la température de l'eau ajoutée (TEA) n'ont pas été retenus dans les deux équations précédentes. De plus, on constate que le temps de rétention n'est pas identique pour les deux réponses principales (24 heures avec l'équation de la blancheur et 0 heure avec l'aire de recouvrement). Comme mentionné précédemment, la variable qui diminue l'aire de recouvrement prévaut sur celle qui augmente la blancheur. Ce qui implique que le temps de rétention choisi est de 0 heure.

D'autre part, le temps de trituration retenu est de 60 minutes. En ce qui concerne la concentration en solvant, son influence n'a pas été remarquée dans l'équation de l'aire de recouvrement. Toutefois, son effet sur la quantité de taches d'encre devrait être important puisque l'utilisation de celui-ci devrait diminuer leur taille. Toutefois, l'utilisation du phthalate de dibutyle, comme solvant, ne semble pas être un bon choix pour tenter de dissoudre le polymère. En effet, celui-ci tachait d'encre le tritrateur et la cellule de flottation, ce qui diminuait la quantité d'encre à flotter et la validité des résultats. Il est alors possible que ce produit chimique soit un solvant très puissant pour les encres xérogaphiques et permette une diminution de la taille des particules d'encre, ce qui résulte en une baisse de la blancheur de la pâte. Donc, l'emploi de solvant n'est pas nécessaire à ce stade-ci.

À la section suivante, l'utilisation d'un autre solvant, l'huile de banane, qui est biodégradable et qui solubilise moins les encres xérogaphiques fut vérifiée. De plus, on tentera d'optimiser la température de l'eau, du pH et de la révolution du tritrateur. Par la suite, l'influence de la concentration durant la trituration sur la blancheur et l'aire de recouvrement sera vérifiée. Une optimisation de plusieurs facteurs est aussi considérée pour la flottation.

### **4.3 Optimisation des variables du procédé de trituration et de flottation**

Après avoir déterminé les facteurs et effectué l'étude quantitative des facteurs et des réponses, l'optimisation des variables est la dernière étape de la recherche expérimentale. Cette étape permet de modifier certains facteurs dans le plan expérimental et d'en introduire d'autres.

#### **4.3.1 Trituration planétaire**

Les facteurs qui font l'objet d'une optimisation sont: la vitesse d'agitation (RPM), le pH, la température de l'eau ajoutée (TEA), la consistance de trituration et la concentration en solvant (CS).

##### **A) Vitesse d'agitation**

Étant donné que l'utilisation du plan expérimental ne permet pas de trouver une valeur idéale pour une blancheur élevée et une aire de recouvrement faible, la vitesse de révolution à 575 rpm a été retenue. Celle-ci correspond à la plus haute révolution possible de l'appareil. Cette vitesse d'agitation maximale est préférée, car, à une haute vitesse, l'efficacité de fragmentation des encres semble être la meilleure. Puisque la fragmentation des encres est réalisée par un mécanisme d'impact, cet impact est semblable à un choc de la pale sur les encres. Ainsi, la puissance de choc transmise est proportionnelle à la révolution de l'appareil et à l'énergie cinétique transmise par la pale sur la pâte [37].

L'optimisation à partir d'expériences en laboratoire n'a pas été faite car les énoncés théoriques se rapportant au mouvement planétaire semblaient justifier amplement cette valeur de 575 rpm.

## **B) pH**

La valeur du pH retenue est de 10. En effet, aucune différence ne fut observée entre les résultats sous pH acide et alcalin. À l'instar de plusieurs chercheurs [14,32], une trituration alcaline fut choisie.

## **C) Consistance de trituration**

La consistance de trituration utilisée dans le plan expérimental était de 10,5%. Plusieurs chercheurs ont trouvé que la consistance de trituration affectait la quantité de taches d'encre résiduelle et la blancheur de la pâte [10,14]. Différentes consistances de trituration (6,5%, 10,5%, 12%, 13%, 15%, 17%) ont été expérimentées, pour un temps de rétention de 0 heure, à une vitesse de trituration de 575 rpm, avec un pH de 10, pour un temps de trituration de 60 minutes et une concentration en solvant de 0%. La température de l'eau a été fixée à 90°C.

Après avoir déterminé la consistance idéale, la température de l'eau a été optimisée. Le tableau 4.4 illustre la blancheur et l'aire de recouvrement avant et après flottation des particules d'encre pour chaque consistance donnée. Chacune des valeurs illustrées pour la blancheur et l'aire de recouvrement sont le résultat d'une moyenne prise à partir de deux expériences identiques. De plus, la variance est indiquée au tableau 4.4 pour chaque valeur de blancheur. Pour l'aire de recouvrement, la variance est négligeable car elle varie entre  $\pm 0,1$  à  $\pm 0,01 \text{ mm}^2/\text{m}^2$ .

**TABLEAU 4.4** Blancheur et aire de recouvrement  
avant et après flottation pour une consistance donnée

Consistance (% base sèche)	Blancheur avant flottation (%ISO)	Blancheur après flottation (%ISO)	Aire de recouvrement (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> ) avant flottation (≥ 150microns)	Aire de recouvrement (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> ) après flottation (≥ 150microns)
6,5	75,5 ±0,4	85,5 ±0,2	4,8E+04	34,5
10,5	73,9 ±0,4	85,0 ±0,2	4,4E+04	32,2
12	75,4 ±0,3	85,8 ±0,2	4,6E+04	20,1
13	76,1 ±0,2	86,2 ±0,1	3,0E+04	3,8
15	76,0 ±0,2	85,6 ±0,1	2,9E+04	15,2
17	75,8 ±0,4	84,5 ±0,2	6,5E+04	20,4

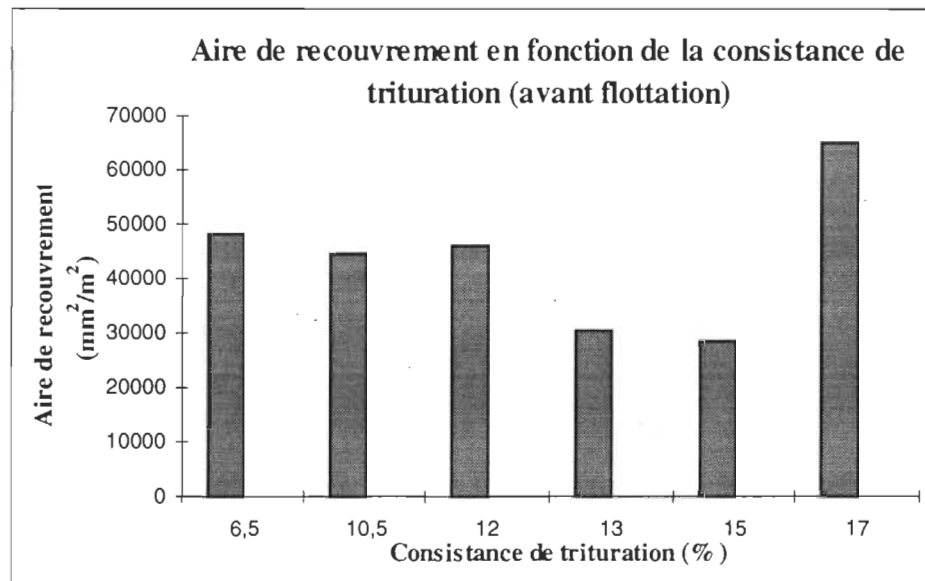
En observant les valeurs obtenues au tableau 4.4, il est évident que la consistance idéale est de 13%. En effet, on remarque que pour cette consistance la blancheur est la plus élevée et que l'aire de recouvrement est la plus faible. Aussi, avant la flottation, la blancheur est la plus élevée et l'aire de recouvrement est l'une des plus faibles. Ceci indique que la trituration à 13% s'avère la plus efficace pour effectuer la fragmentation des encres. En effet, l'aire de recouvrement est plus petite à 13%, et cela suppose que les particules d'encre restantes après trituration possèdent une distribution de taille plus adéquate comparativement aux autres consistances expérimentées pour l'enlèvement par flottation. Pour expliquer ces résultats, on pense que, pour obtenir une bonne fragmentation des encres, il faut que la pâte demeure collée sur les parois du réservoir. Ainsi, l'eau absorbée par les fibres permet l'adhésion sur les parois du réservoir. À basse consistance, la pâte est beaucoup moins visqueuse et ne possède pas la même adhésion qu'à 13%. Pour une même quantité de pâte, à basse consistance, il y a beaucoup plus d'eau ajoutée qu'à 13%. Alors les fibres demeurent en suspension dans l'eau au lieu d'être collées sur les parois du réservoir. Or, si elles sont dans l'eau, elles ne peuvent pas recevoir adéquatement des impacts et il en résulte une élévation de l'aire de recouvrement. Ainsi, les séquences de choc entre la pale et les particules d'encre sont d'autant plus faibles que la consistance diminue.



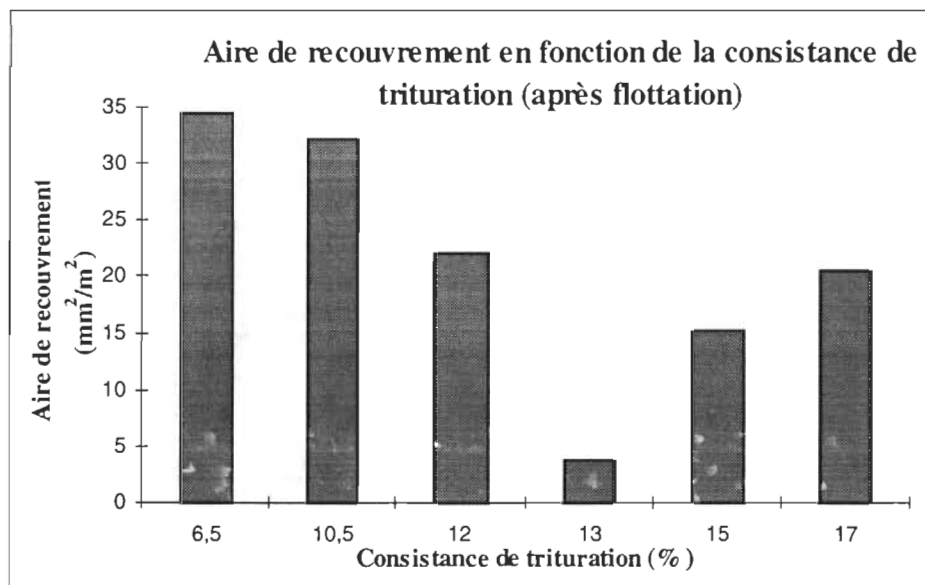
Lorsqu'on augmente la consistance, on augmente la viscosité de la pâte et aussi les chances de collision entre la pale et la pâte. À 13%, la pâte se colle bien sur les parois du tritrateur et la pale peut fragmenter avec efficacité les encres.

Dépassé le point critique de 13%, la pâte étant un peu plus consistante, il y a formation de petites boules de fibres qui ne peuvent demeurer sur les parois de l'enceinte. Alors, celles-ci tombent au fond du réservoir, où la surface de la pale est minime et où les impacts sont les moins efficaces. Lorsqu'il y a assez d'eau pour former un mélange adéquat (13%), la viscosité de la pâte permet d'adhérer aux parois de l'enceinte pour faciliter une distribution d'impacts adéquate. Au-delà de cette consistance, la distribution des impacts est grandement diminuée.

D'autre part, le choix d'utiliser un procédé d'enlèvement des encres par flottation s'avère efficace puisque d'après les résultats obtenus au tableau 4.4, on obtient des gains en blancheur entre 9 et 11 points dans de telles conditions d'opération. Les figures 4.6 et 4.7 illustrent respectivement l'aire de recouvrement, avant et après flottation, en fonction de la consistance de trituration à une température de l'eau fixée à 90 Celcius. De plus, les déviations standardisées sont omises parce qu'elles sont très faibles. Comme on le remarque sur ces deux figures, il semble exister un optimum (aire minimale) à 13%.

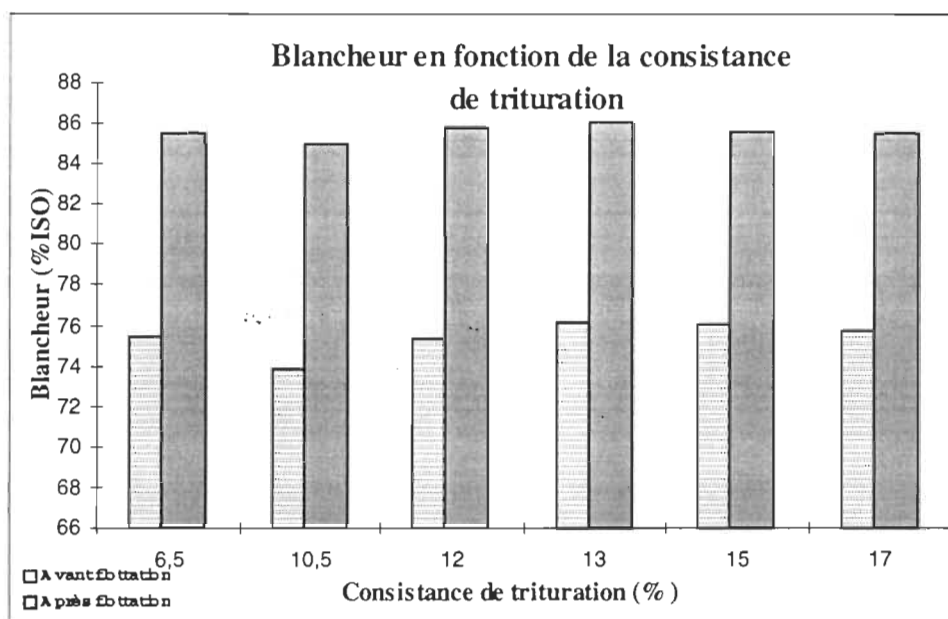


**FIGURE 4.6** Aire de recouvrement en fonction de la consistance de trituration (avant flottation)



**FIGURE 4.7** Aire de recouvrement en fonction de la consistance de trituration (après flottation)

La figure 4.8 représente la blancheur avant et après flottation pour chaque consistance étudiée.



**FIGURE 4.8** Blancheur en fonction de la consistance de trituration avant et après flottation

#### D) Température de l'eau ajoutée

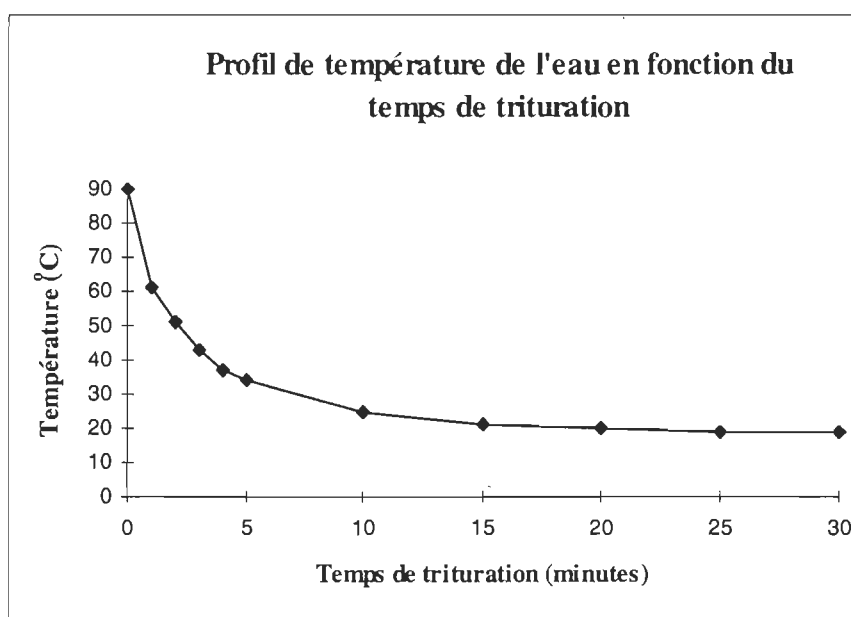
Pour une consistance optimale de 13%, la température optimale qui permet d'obtenir le minimum de taches d'encre visible et une blancheur maximale a été déterminée. Le tableau 4.5 présente les cinq températures étudiées et les déviations standardisées pour l'aire de recouvrement sont négligeables.

**TABLEAU 4.5** Réponses obtenues pour la variation de la température de l'eau

Température (°C)	Blancheur (%ISO)	Aire de recouvrement (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> )
5	85,7 ±0,3	21,0
60	85,9 ±0,2	22,6
70	86,0 ±0,2	14,4
80	85,5 ±0,1	6,4
90	86,2 ±0,1	3,8

On constate que la blancheur est sensiblement la même pour un écart de température de 85°C, de 5 à 90°C. Toutefois, le paramètre important est l'aire de recouvrement et, on constate qu'à 90°C, l'aire est minimale. En effet, à haute température, il y a un dépassement de la  $T_g$  de l'encre, ce qui lui confère un état plutôt mou et gommant au début de la trituration. À haute température, l'encre change subitement d'état physique et, avec le temps, revient petit à petit à son état initial car le système est ouvert à l'atmosphère. La figure 4.9 montre le profil de température pour la pâte durant les 30 minutes de trituration.

Ainsi, les impacts créés à haute température permettent de fragmenter plus efficacement les grosses particules en petites particules. Étant donné la haute température de l'eau utilisée, on tend à diminuer la cohésion de l'encre avec le papier par un ramollissement important du liant. Avec les impacts distribués sur les encres, une diminution de la taille des encres et une diminution de l'adhésion des encres sur les fibres engendrent une augmentation de la blancheur de la pâte.



**FIGURE 4.9** Profil de température de l'eau pour une trituration planétaire (Température initiale = 90°C)

Le tableau 4.5 montre que pour des températures de 60°C et 5°C, les aires sont plus élevées et les blancheurs sont les plus faibles. En effet, pour des températures plus petites que  $T_g$ , la cohésion du liant de l'encre est plus élevée et les impacts distribués diminuent la grosseur des encres mais pas aussi efficacement qu'à haute température. De plus, l'encre étant dans un état de cohésion plus cassant, celle-ci est plus difficile à décrocher de la fibre puisque la température de l'eau demeure en dessous de la température de transition vitreuse ( $T_g$ ), ne permettant pas un ramollissement du liant de l'encre pour diminuer sa cohésion et son adhésion à l'interface de la fibre.

Après avoir optimisé la température de l'eau ajoutée et la consistance de trituration, aucun changement significatif n'a été remarqué en utilisant des temps de trituration de 30 minutes et de 60 minutes. Pour les prochaines optimisations, un temps de 30 minutes de trituration sera utilisé.

En sommaire, les conditions optimales de trituration retenues jusqu'ici sont:

Temps de rétention	: 0 heures
Vitesse d'agitation	: 575 rpm
Température de l'eau ajoutée	: 90°C
pH	: 10
Concentration en solvant	: 0%
Consistance de trituration	: 13%
Temps de trituration	: 30 minutes

#### **E) Concentration en solvant (CS)**

Dans le plan expérimental, le phthalate de dibutyle a été utilisé et ne donnait pas les résultats escomptés; c'est à dire, une blancheur élevée et une aire de recouvrement faible. Par la suite, l'huile de banane qui est plus écologique et moins polaire fut utilisée. Elle ne tache pas d'encre le tritrateur ni la cellule de flottation.

En premier lieu, aux conditions optimales, quelques essais en utilisant différentes concentrations en solvant furent effectués. Pour différentes concentrations (0,5 - 2,5 et 5%), on remarque que, plus on diminue la concentration en solvant plus la blancheur est élevée. On constate qu'une faible quantité utilisée permet d'obtenir une blancheur élevée tout en diminuant ainsi le coût d'utilisation de ce produit.

Une concentration critique de 0,5 % d'huile de banane semble être favorable pour ramollir et gonfler le polymère et, permettre une distribution de taille adéquate pour la flottation. Pour pouvoir vérifier si l'utilisation de ce produit chimique est favorable, l'aire de recouvrement des particules d'encre après flottation a été calculée. Le tableau 4.6 illustre ces valeurs pour différentes températures de l'eau utilisée en comparaison aux essais sans huile de banane. Il est à noter que les déviations standardisées pour l'aire de recouvrement n'ont pas été retenues en raison de leurs faibles valeurs.

**TABLERAU 4.6** Aire de recouvrement et blancheur pour différentes températures de l'eau avec et sans huile de banane

Température (°C)	Blancheur avec huile de banane (% ISO)	Blancheur sans huile de banane (% ISO)	Aire de recouvrement sans huile de banane (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> )	Aire de recouvrement avec huile de banane (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> )
5	85,9 ±0,3	85,7 ±0,3	21,0	11,4
60	85,9 ±0,2	85,9 ±0,2	22,6	11,1
70	85,8 ±0,2	86,0 ±0,2	14,4	10,5
80	84,1 ±0,2	85,5 ±0,1	6,4	7,0
90	86,2 ±0,1	86,2 ±0,1	3,8	7,4

On constate que l'utilisation d'huile de banane rencontre les objectifs attendus. En effet, on remarque qu'à haute température, la blancheur est sensiblement la même mais que l'aire de recouvrement est un peu plus élevée. Ceci s'explique par le fait que la plupart des petites particules ont été enlevées mais qu'une faible quantité de grosses particules n'ont pas eu le même succès. L'utilisation de l'huile de banane ne semble pas réagir comme le phthalate de dibutyle.

Effectivement, l'huile de banane permet un meilleur décrochage de l'encre en s'attaquant à l'interface encre/fibre. De plus, elle ne dissout pas l'encre et ainsi la pâte obtenue après trituration n'est pas grise et ne colle pas au tritrateur. C'est ce qui explique l'obtention d'une blancheur élevée et une diminution de la quantité de points d'encre visibles.

D'autre part, on remarque que pour toutes les températures choisies, la blancheur est sensiblement la même dans les deux cas, mais que l'utilisation de produit chimique diminue l'aire de recouvrement seulement à des températures sous 70°C. Ces résultats permettent de déduire que pour des températures plus grandes que la température de transition vitreuse, les résultats avec et sans addition d'huile de banane sont semblables. Puisque l'eau chaude et l'huile de banane ont un rôle semblable, l'effet de l'huile de banane sur le gonflement du liant n'est pas significatif étant donné sa faible concentration utilisée et au fait qu'elle est soluble dans l'eau. En considérant la haute température de l'eau chaude au début de la trituration, un ramollissement de l'encre se produit ce qui diminue sa cohésion. Également une évaporation se produit et engendre une perte d'huile de banane. L'évaporation de l'eau diminue l'effet de l'huile de banane sur le ramollissement de l'encre.

Cependant, à basse température, on constate que l'effet de l'huile de banane est beaucoup plus important que l'effet de l'eau pour diminuer l'adhésion et ramollir le liant. À cette température, il est plus difficile de séparer l'encre de la fibre (l'encre n'étant pas ramollie par l'eau chaude), alors l'ajout d'huile de banane tend à diminuer l'adhésion de l'encre par un gonflement du liant. L'agitation mécanique provoque une diminution de la taille des particules et leur permet d'être enlevées par flottation. De plus, une faible perte du produit ne survient pas car il n'y a peu ou pas d'évaporation d'eau. Ce qui permet une utilisation plus efficace du solvant.

Par conséquent, l'utilisation d'huile de banane n'est importante que pour des essais à basse température. Donc, les valeurs des variables faisant l'objet d'optimisation dans la section précédente seront retenues pour l'optimisation de facteurs pour la flottation.

### 4.3.2 Flottation

En ce qui concerne le procédé de flottation, la concentration en surfactant est le seul facteur qui a fait l'objet d'une optimisation.

Dans le plan expérimental, une concentration de 0,25% sur une base sèche fut considérée. Ici, l'influence de différentes concentrations ajoutées sur la blancheur et la quantité de taches d'encre résiduelle à été vérifiée. Le tableau 4.7 illustre les résultats obtenus pour différentes concentrations en considérant les conditions de trituration optimales.

**TABLEAU 4.7** Réponses obtenues pour différentes concentrations en surfactant

Surfactant (%)	Blancheur (%ISO)	Aire de recouvrement (mm <sup>2</sup> /m <sup>2</sup> )	% Perte en fibre et en eau(ml)
0,05	85,5 ±0,2	14,2	0,91% (30ml)
0,15	85,1 ±0,1	2,9	7,80% (370ml)
0,20	85,4 ±0,1	0,5	9,17% (530ml)
0,25	86,2 ±0,1	3,8	13,9% (656ml)
0,35	86,7 ±0,2	10,4	14,0% (800ml)

Du tableau 4.7, on peut constater que la concentration idéale en surfactant est de 0,2%. En effet, aux conditions de flottation (0,8% consistance, T°eau de dilution = 40°C, pH = 10), c'est à cette consistance que la meilleure propriété de la pâte fut obtenue. D'autre part, la blancheur trouvée est plus petite qu'à 0,25% et 0,35%, ce qui implique qu'à 0,2%, pratiquement aucun point d'encre n'est visible et que quelques petites particules sont restées dans le réseau fibreux de la feuille qui diminuent sa blancheur.

Pour des consistances un peu plus élevées, on peut constater que la blancheur et l'aire de recouvrement augmentent. Puisque la quantité de mousse formée est proportionnelle à la concentration en surfactant, cette augmentation de la concentration en mousse permet aux encres de s'attacher à beaucoup plus de bulles, ce qui explique l'augmentation de la blancheur et la diminution de l'aire de recouvrement.



Aussi, beaucoup de molécules de surfactants peuvent se déposer ou s'adsorber sur la surface des encres et des fibres et les attacher à la mousse pour être enlevées par la suite. C'est ce qui expliquerait la perte croissante en fibres avec l'augmentation de la concentration en surfactant.

D'un autre côté, on suppose qu'à 0,25% et 0,35%, le niveau de mousse formée, après un certain temps dans la cellule, peut constituer une résistance au passage des grosses particules et, qu'étant donné leur masse plus élevée, elles demeurent sous cette surface ou dans cette épaisseur de mousse et peuvent retourner dans la suspension. Les petites particules qui peuvent s'élever plus facilement dans la suspension ont un meilleur succès pour passer à travers cette barrière et se faufiler pour atteindre la surface d'enlèvement. Donc, à plus forte concentration, les plus grosses particules demeurent dans la suspension, augmentant ainsi l'aire de recouvrement et la blancheur.

Une certaine fraction de ces petites et de ces grosses particules réussissent à être enlevées efficacement pendant les trois premières minutes pendant que le niveau de mousse est bas et stable. Les petites particules réussissent à traverser cette frontière par leur adhérence avec les fibres et/ou par le fait qu'elles sont plus légères. De plus, il est important de mentionner que le niveau d'eau dans la cellule n'a pas été tenu constant pendant la période de flottation ce qui favorise la formation de mousse additionnelle. La quantité d'eau enlevée et la perte en fibres sont proportionnelles à la consistance du surfactant ajouté. En effet, la perte en fibres est causée principalement par l'entraînement dans un réseau intersticiel de bulles d'eau dans la suspension. D'un autre côté, une perte non négligeable peut être attribuée par l'attachement des fibres sur les particules d'encre après trituration.

Plus on augmente la concentration en surfactant, plus on diminue l'angle de contact et plus on diminue la tendance hydrophobe des particules d'encre [23]. D'autre part, plus on augmente la concentration en surfactant, plus on tend à avoir un excès d'adsorption de surfactant à la surface des encres, plus on rend les particules hydrophiles, on diminue par le fait même les performances de la flottation [24].

À une consistance de 0,2%, il y a une perte en fibre d'environ 9% et une quantité moyenne d'eau enlevée de 530 ml. Sous les 0,2%, la stabilité de mousse est faible car la formation du niveau de mousse est inadéquate pour permettre l'enlèvement des encres hors de la cellule. Les bulles qui atteignent la surface éclatent instantanément ce qui ne donne pas de support à la couche savonneuse pour le transport des particules d'encre hors de la cellule. Ainsi on peut conclure que la stabilité de mousse augmente avec la concentration en surfactant alors que la tendance hydrophobe des particules diminue [24].

#### 4.3.3 Trituration hélicoïdale

Pour comparer l'efficacité de trituration des deux tritrateurs, aux mêmes conditions optimales, les essais de trituration dans un tritrateur hélicoïdal ont été refaits. De plus, les propriétés physiques du papier pour les deux appareils furent comparées. Les conditions optimales trouvées et employées pour la trituration hélicoïdale sont illustrées au tableau 4.8.

**TABLEAU 4.8** Valeurs optimales utilisées pour la trituration hélicoïdale

<b>Facteurs</b>	<b>Valeurs</b>
<b>Trituration</b>	
Temps de rétention	0 heure
Vitesse d'agitation	2400 rpm
Température de l'eau	90°C
pH	10
Concentration en solvant	0% d'huile de banane
Consistance de trituration	10-13%
Temps de trituration	30 minutes
<b>Flottation</b>	
Temps de flottation	8 minutes
Température de la pâte	40°C
Concentration en surfactant	0,2%
Consistance de la pâte	0,8%

Les conditions d'opération de la cellule de flottation sont les mêmes que pour l'enlèvement des encres après trituration des deux appareils. Étant donné que le triturateur hélicoïdal utilisé possède un volume beaucoup plus grand que l'appareil planétaire, il faut au départ au moins 1kg de papier pour pouvoir réaliser une trituration. Donc, la vitesse de trituration ne peut pas être la même puisque, avec la grande quantité de pâte utilisée, il faut employer une vitesse de rotation plus grande afin de permettre un bon mélange. Une vitesse d'agitation de 2400 rpm a été utilisée puisqu'à cette vitesse le mélange et la désintégration de la matière première sont considérées les plus adéquates. L'efficacité d'enlèvement des encres a été effectuée dans des conditions d'opération semblables. Pour une température de l'eau ajoutée à 90°C, on constate que le ramollissement de l'encre au-dessus de sa température de transition vitreuse permet de diminuer aussi la cohésion de l'encre et d'obtenir une quantité de taches d'encre qui est faible. D'autre part, la trituration hélicoïdale est considérée comme un système fermé et les pertes thermiques sont moindres. En effet, l'écart de la température durant ces 30 minutes de trituration est de 30°C. Toutefois, le système fermé n'est pas utilisé en industrie pour un tel triturateur. Le choix d'utiliser les mêmes conditions de trituration (sauf pour la consistance et la vitesse) permet de mieux comparer, les mécanismes de trituration et de déterminer s'il y a un appareil qui semble être plus performant que l'autre.

Pour fin de comparaison et pour deux consistances données, l'aire de recouvrement et la blancheur de la pâte ont été calculés. Les résultats sont présentés au tableau 4.9.

**TABEAU 4.9** Résultats pour la trituration hélicoïdale

<b>Consistance (%)</b>	<b>Blancheur (%ISO) avant flottation</b>	<b>Blancheur (%ISO) après flottation</b>	<b>Aire de recouvrement (mm<sup>2</sup>/m<sup>2</sup>) avant flottation</b>	<b>Aire de recouvrement (mm<sup>2</sup>/m<sup>2</sup>) après flottation</b>
10	79 ±0,35	86,6 ±0,1	2,4E+04	3,7
13	76 ±0,40	85,7 ±0,1	50E+04	53

On remarque qu'à 10% de consistance, la blancheur et l'aire de recouvrement montrent de bons résultats. Les résultats pour l'aire de recouvrement et la blancheur sont semblables à ceux obtenus avec le tritrateur planétaire. À une consistance de 13%, le mouvement de la pâte dans le tritrateur ne se faisait pas et ainsi les effets de cisaillement et de frottement étaient minimes. La consistance était trop élevée et on constate que la consistance idéale se situait à 10%.

Les résultats obtenus avant flottation des deux paramètres montrent une blancheur de 79,4 ISO et une aire de recouvrement de 2,4 E+04. Comparativement aux résultats obtenus pour les essais avec le tritrateur planétaire, on obtient 76,1 ISO et 3,04 E+04. Cette grande différence entre les deux essais peut être attribuée à la faible répétition des expériences concernant le tritrateur hélicoïdal.

### Comparaison entre les triturations hélicoïdale et planétaire

Pour vérifier l'effet du raffinage de la pâte lors de la trituration, des tests de déchirure, d'éclatement et de longueur de rupture sur des feuilles préalablement préparées à cette fin ont été effectués. Les propriétés mécaniques des feuilles obtenues dans des conditions optimales furent comparées. Les résultats sont illustrés au tableau 4.10.

**TABEAU 4.10** Comparaison des propriétés mécaniques pour les essais à haute vitesse de trituration

Tritrateur	Indice de Déchirure (mN*m <sup>2</sup> /g)	Longueur de rupture (km)	Indice d'éclatement (kPa*m <sup>2</sup> /g)
Hélicoïdal	2,65	3,17	2,01
Planétaire	2,50	5,02	3,51

Il existe une relation directe entre le raffinage d'une pâte et son indice de déchirure, d'éclatement et sa longueur de rupture. En effet, plus on raffine ou triture une pâte, plus on brise les longues fibres, plus de fines sont donc présentes. La présence de fines augmente avec le degré de raffinage[35].

Ainsi, la longueur de rupture et l'indice d'éclatement sont d'autant plus élevés que pour une grande quantité de fines. À l'inverse, la déchirure est plus élevée pour une grande quantité de longues fibres. Donc, pour les essais effectués, on remarque que l'emploi du triturateur planétaire brise plus les longues fibres que l'hélicoïdal. La longueur de rupture et l'éclatement étant plus élevés et l'indice de déchirure plus faible.

Le triturateur hélicoïdal favorise le détachement et la fragmentation des encres par un mécanisme de cisaillement entre les fibres. Les fibres ne reçoivent pas de choc et d'impact comme le planétaire. Par conséquent, on peut dire que l'emploi d'un nouveau mécanisme de trituration permet d'obtenir les résultats attendus en ce qui concerne un haut degré de blancheur et de propreté de la feuille de papier. De plus, aux conditions données d'opération, on sait que l'emploi de l'un ou l'autre des appareils de trituration donne d'excellents résultats. Toutefois, un paramètre important qui favorise le triturateur planétaire est la consistance de trituration. En effet, des consistances de 13% pour le planétaire et de 10% pour l'hélicoïdal ont été trouvées. Ce qui implique que pour un même temps d'opération et pour une propreté semblable, le triturateur planétaire peut désintégrer plus de papier et augmenter le niveau de production.

Outre les principaux objectifs à rencontrer, la sélection entre les deux appareils dépend d'autres facteurs importants, comme la quantité possible de matière première à désintégrer, les propriétés physiques du papier recherchées, la conception du procédé, les coûts de fonctionnement et d'énergie consommée et les coûts en investissement que l'usine est prête à déboursier.

#### **4.3.4 Cinétique de la flottation**

Pour effectuer la cinétique de la flottation, les données suivantes ont été prises en considération:

### Flottation

- consistance : 0,8%
- temps 6 minutes de flottation + 2 minutes de mélange
- concentration en surfactant: 0,2%
- niveau de l'eau constant (ajout de 600ml d'eau durant les 6 minutes)

La procédure employée consiste à recueillir une quantité de mousse enlevée de la cellule de flottation pendant un intervalle de temps précis. Le tableau 2B, en annexe B, illustre la quantité totale de mousse humide recueillie pour les intervalles de temps choisis.

Par la suite, pour chaque intervalle, il suffit de prendre une quantité précise de mousse humide qu'on fait sécher au four. Cette procédure permet de déterminer la quantité d'eau et la quantité de solide enlevée à chaque instant. Une fois les échantillons séchés, une petite quantité de matière solide sert à l'analyse par TGA. Cette méthode permet de déterminer le pourcentage de chaque composant solide dans la pâte et ainsi mesurer la perte en solide, à un moment donné. En annexe B, les tableaux (3B-4B) démontrent ces résultats.

Pour évaluer la cinétique de la variation de la quantité de points d'encre visibles, une analyse d'image à été effectuée pour les particules d'encre plus grandes que 150 microns. Pour quinze champs choisis par feuille au hasard, on additionne l'aire de toutes les particules trouvées et on divise par la surface de la feuille. Ainsi, une distribution pour toute la feuille est obtenue. Au tableau 4.11, les résultats d'analyse d'image sont montrés. Pour la fabrication des feuilles, on utilise 0,15g de pâte sèche diluée dans 2 litres d'eau qui est ensuite placée dans un désintégreur. À l'intérieur d'une formette statique, on dépose la suspension sur un papier filtre. On filtre sous vide et on obtient une feuille à analyser. On fait sécher le tout pendant 24 heures pour l'analyse d'image.

**TABLEAU 4.11** Analyse d'image des feuilles pour la cinétique de la flottation

Plage de temps (sec)	Nombre de particules par cm <sup>2</sup> de surface
0	45 particules / 0,375cm <sup>2</sup> = <b>120</b>
0-20	41/0,375 = <b>109</b>
20-40	37/0,375 = <b>99</b>
40-60	30/0,375 = <b>80</b>
60-90	23/0,375 = <b>61</b>
90-120	23/0,375 = <b>61</b>
120-180	19/0,375 = <b>51</b>
180-240	18/0,375 = <b>48</b>
240-300	18/0,375 = <b>48</b>
300-360	18/0,375 = <b>48</b>

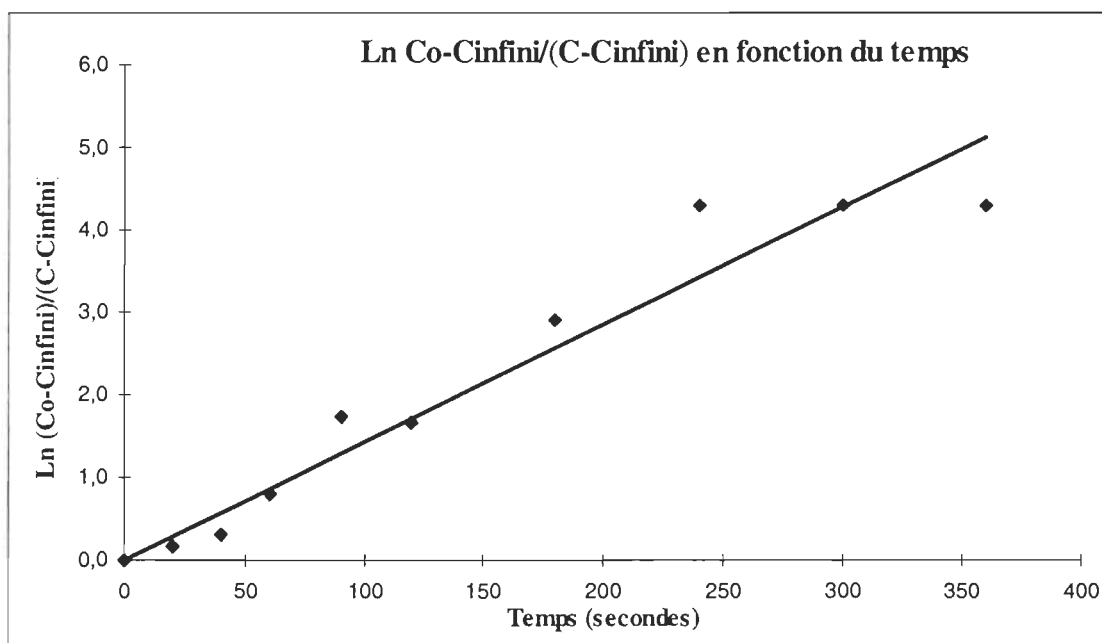
À l'annexe B, le tableau 5B illustre le calcul de la perte totale des composants solides et de l'eau par rapport à la quantité initiale de pâte (56g sec) et d'eau (6500ml).

### Calcul des paramètres de la cinétique

L'étude de la cinétique de la flottation permet, dans un premier temps, de vérifier la quantité d'encre enlevée en fonction du temps. Ensuite, elle permet de déterminer quels sont les facteurs qui influencent l'enlèvement des taches d'encre visibles. Pour bien comprendre le mécanisme de séparation des taches d'encre visibles, le but de cette section est de déterminer les paramètres de la cinétique du procédé de séparation des taches d'encre visibles. Le but est alors de trouver le taux constant  $k$  et l'ordre de la réaction,  $n$ , pour l'équation de la cinétique  $dC/dT = -kC^n$ .

Du tableau 4.11, on constate qu'après un temps de flottation de 240 secondes, il y a un maximum d'enlèvement des encres. Pour un temps de flottation plus grand que 240 secondes, il semble exister un plateau où la quantité d'encre visible reste constante dans la cellule et ne s'avère plus efficace pour être enlevée. Ainsi, on peut dire qu'un temps de flottation de 4 minutes est efficace pour enlever la plupart des encres visibles.

Ce qui implique que durant ces 240 premières secondes l'efficacité de flottation est à son maximum. Pour obtenir l'ordre de réaction et le taux constant, on doit considérer le cas se rapprochant le plus près du modèle de la cinétique, c'est à dire le cas où  $C_{\infty} \neq 0$ . La valeur de  $C_{\infty}$  considérée est de 47. En effet, celle-ci a été trouvée par itération et en construisant un graphique de  $\ln (C_0 - C_{\infty}) / (C - C_{\infty})$  en fonction du temps. On remarque qu'à cette valeur la droite du graphique 4.10 possédait la meilleure corrélation.



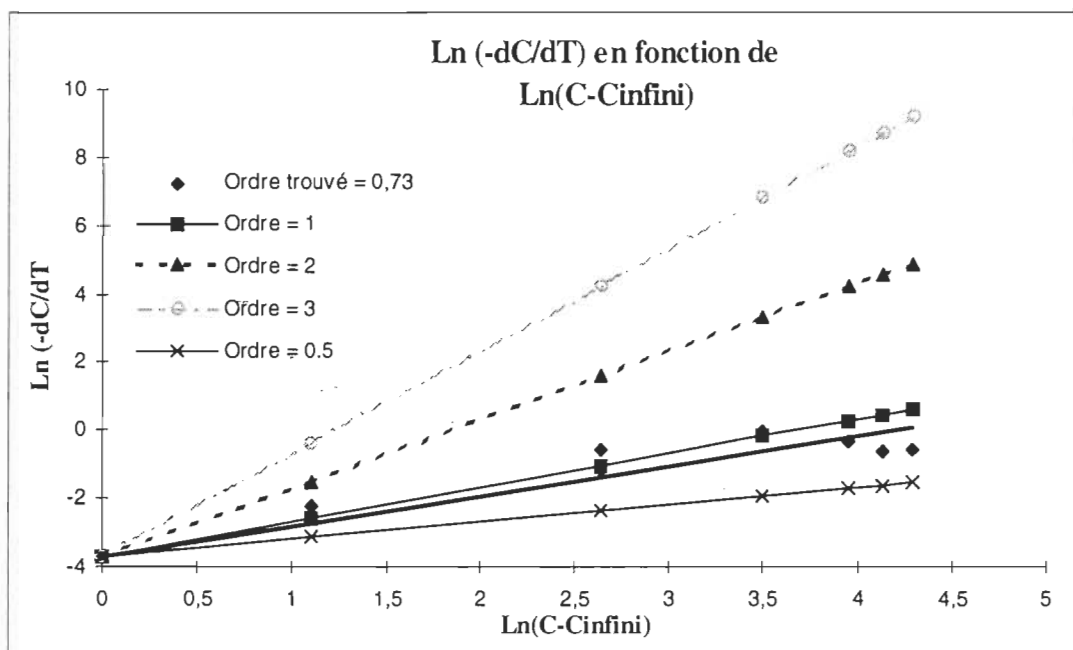
**FIGURE 4.10**  $\ln (C_0 - C_{\infty}) / (C - C_{\infty})$  en fonction du temps pour la détermination de  $C_{\infty}$

À partir de l'équation 4.4 et en utilisant la méthode par différence finie, il est possible de construire un graphique de  $\ln (-dC/dT)$  en fonction de  $\ln (C - C_{\infty})$  pour trouver l'ordre  $n$  et le taux constant  $k$ . Au départ, on sait que  $-dC/dT = k (C - C_{\infty})^n$ . En prenant le logarithme des deux membres de l'équation, on a :

$$\ln(-dC/dT) = \ln k + n \ln(C - C_{\infty}) \quad [4.4]$$

Cette équation est illustrée à la figure 4.11.





**FIGURE 4.11** Ln (-dC/dT) en fonction de Ln (C - C<sub>∞</sub>) pour C<sub>∞</sub> = 47

La pente de la droite trouvée donne l'ordre de la réaction qui est égale à 0,73, le taux constant  $k$  est  $0,025\text{sec}^{-1}$ . L'équation de la cinétique correspondante est:

$$dC/dT = 0,025(C - 47)^{0,73} \quad [4.5]$$

Cette équation indique que l'ordre de la réaction dévie légèrement de l'unité. En référence à l'équation 4.4 et dans le but de comparer l'allure de cette droite trouvée, l'ordre de réaction  $n$  fut varié. Les résultats pour des ordres de réaction de 0,5, 1, 2 et 3 sont illustrés. Effectivement, on remarque que l'ordre de réaction trouvé est sensiblement proche de l'unité. En annexe B, on retrouve la méthodologie employée pour calculer  $dC/dT$  par différence finie.

## Enlèvement d'eau

Quelques indications sur les caractéristiques de la mousse proviennent de l'enlèvement d'eau cumulatif durant la flottation des encres xérographiques. La figure 4.12 illustre l'enlèvement d'eau cumulative en fonction du temps. On remarque que la quantité d'eau enlevée est presque linéaire dans le temps et atteint une valeur finale de 12%.

Il faut mentionner que durant les 6 minutes de la flottation, le niveau d'eau dans la cellule fut maintenu le plus constant possible. Les quantités d'eau ajoutées apparaissent au tableau 2B en annexe B.

L'enlèvement de l'eau est un paramètre important dans la flottation, non seulement parce qu'il donne une indication du volume et de l'humidité de la mousse, mais aussi à cause de la sélectivité du procédé [4]. De plus, le mélange de carbonate de calcium, de polymère et de matériel fibreux dans la pâte atteint la phase mousseuse par attachement aux bulles (vraie flottation) et par entraînement dans l'interstice des particules d'eau [4]. Il est bien connu que, dans la flottation minérale, l'entraînement des particules est relativement proche à la quantité d'enlèvement d'eau [38-39]. La figure 4.13 présente l'enlèvement cumulatif des fibres-polymère et carbonate de calcium en fonction du temps.

En utilisant la TGA, les quantités cumulatives enlevées des composés ont été trouvées. Le tableau 5B, de l'annexe B, illustre les valeurs utilisées pour la construction des graphiques. La cinétique d'enlèvement pour les fibres-polymère suit presque la même allure que celle de l'eau. Toutefois, la cinétique d'enlèvement du  $\text{CaCO}_3$  est moins prononcée que celle de l'eau mais suit la même allure. La relation entre l'enlèvement des particules hydrophiles (fibres et  $\text{CaCO}_3$ ) et l'eau propose que les particules hydrophiles sont enlevées par entraînement.

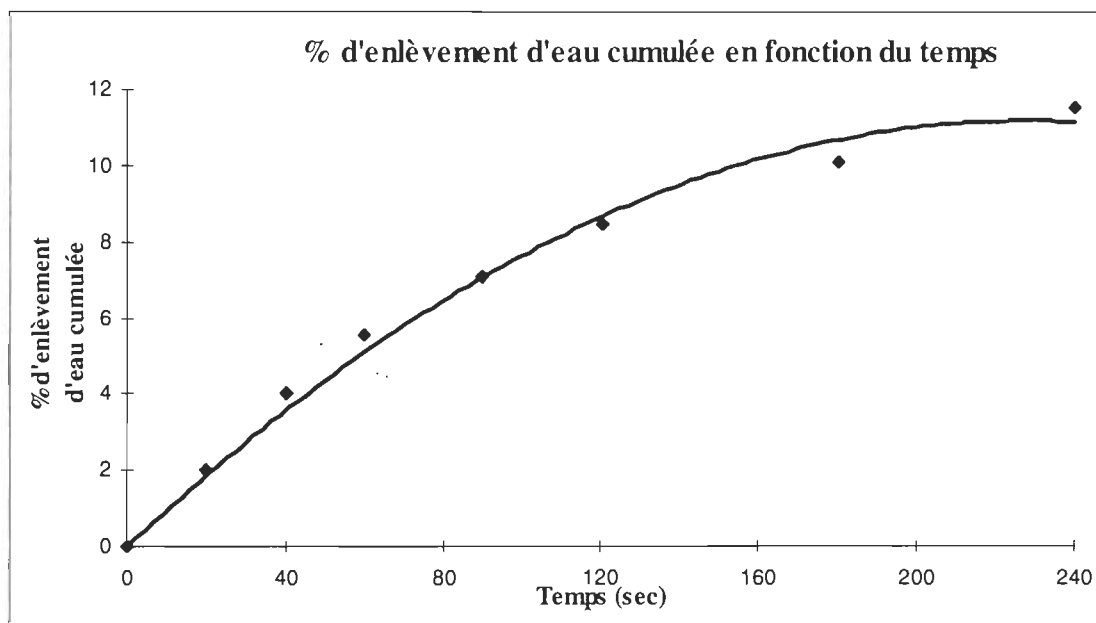


FIGURE 4.12 Quantité d'eau cumulative enlevée en fonction du temps de flottation

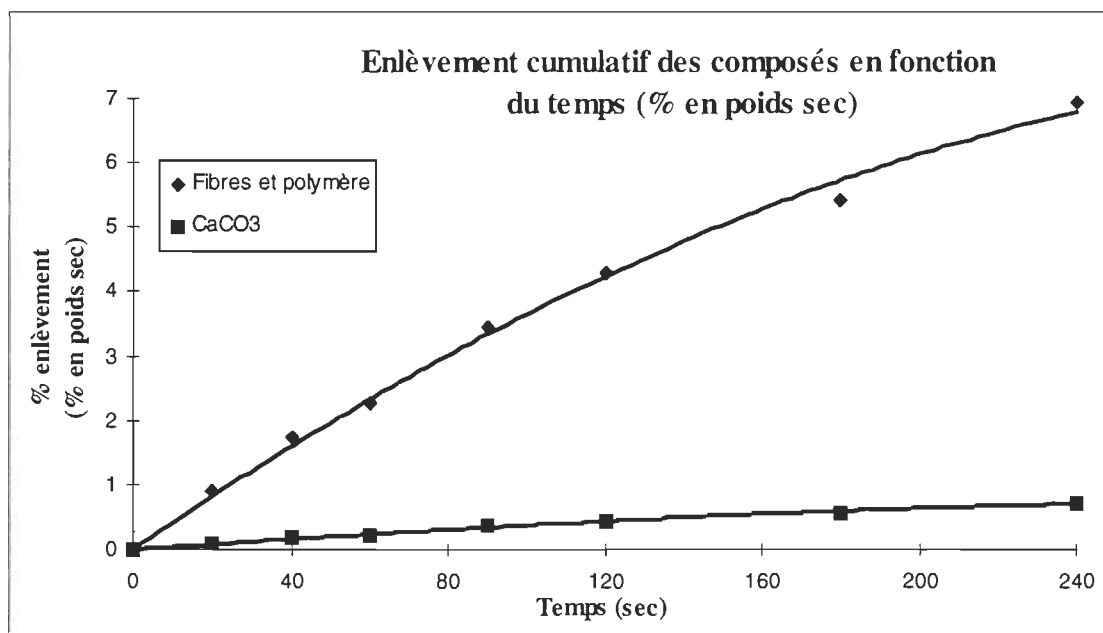


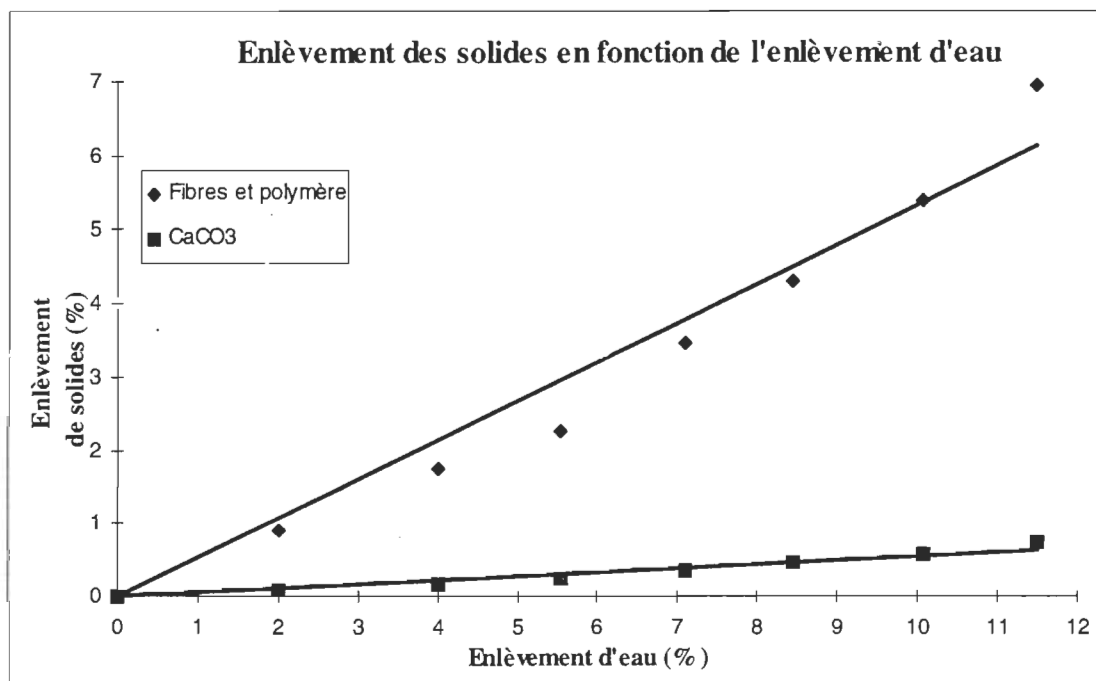
FIGURE 4.13 Enlèvement cumulatif des fibres-polymère et du  $\text{CaCO}_3$  en fonction du temps

Si on assume que, pour un surfactant donné, la concentration de chaque solide hydrophile dans l'interstice des particules d'eau est constante et indépendante du temps de flottation et du mode d'addition alors, l'enlèvement des fibres,  $E_{\text{fibres}}$ , et l'enlèvement du  $\text{CaCO}_3$ ,  $E_{\text{CaCO}_3}$ , devraient être une fonction linéaire de l'enlèvement de l'eau,  $E_{\text{eau}}$  :

$$E_{\text{fibres}} = \alpha_{\text{fibres}} E_{\text{eau}}$$

$$E_{\text{CaCO}_3} = \alpha_{\text{CaCO}_3} E_{\text{eau}}$$

d'où  $\alpha_{\text{fibres}}$  et  $\alpha_{\text{CaCO}_3}$  sont respectivement les degrés d'entraînement pour les fibres et pour le  $\text{CaCO}_3$  [4]. En construisant un graphique de l'enlèvement des solides en fonction de l'enlèvement de l'eau, une ligne droite devrait être observée, avec une interception à l'origine et une pente égale au degré d'entraînement. Une pente égale à un indique que la concentration en solide dans la mousse humide est égale à la concentration de solide dans la suspension fibreuse. La figure 4.14 illustre l'enlèvement des solides en fonction de l'enlèvement de l'eau.



**FIGURE 4.14** Enlèvement des solides en fonction de l'enlèvement de l'eau

À partir des pentes des droites obtenues,  $\alpha_{\text{fibres}}$  et  $\alpha_{\text{CaCO}_3}$  ont été estimés à 0,58 et 0,061 respectivement. Ainsi, la concentration en fibres dans la mousse est un peu plus élevée de la moitié que celle dans la cellule. Ceci indique que pour une même quantité de mousse à enlever, plus d'eau est évacuée de la cellule que de fibres. Cependant, il est important de mentionner, qu'au départ, la haute turbulence et l'introduction d'air permettent d'évacuer beaucoup d'eau. Par après, la perte en eau est fonction de la quantité de mousse formée et l'ajout d'eau pendant toute l'expérience s'avère nécessaire pour compenser cette perte.

Ces résultats proposent que l'entraînement des fibres par l'interstice des molécules d'eau est élevé et que l'entraînement du carbonate de calcium est faible et que la perte de ce composé est négligeable aux conditions de fonctionnement de la cellule de flottation.

Toutefois, l'adhésion des fibres et du  $\text{CaCO}_3$  aux interstices des particules d'eau à été trouvée comme n'étant pas un mécanisme important pour la perte en fibres dans le désencrage par flottation [4]. Les conditions établies pour le fonctionnement de la cellule de flottation font en sorte qu'un enlèvement en eau élevé résultera en une perte plus grande en fibres et en agents de remplissage ( $\text{CaCO}_3$ ).

## CHAPITRE 5

### CONCLUSIONS

Les résultats obtenus avec l'utilisation d'un tritrateur planétaire indiquent que l'emploi d'un nouveau mécanisme de trituration favorise l'obtention d'une pâte dont la propreté et la blancheur sont élevées. Ces travaux montrent que l'aire de recouvrement des particules, pour des particules d'encre plus grandes que 150 microns, était de  $0,5 \text{ mm}^2/\text{m}^2$  pour une blancheur finale de 86,2 %ISO. C'est ainsi que la pâte désencrée peut être utilisée pour la fabrication de papiers fins ou de papier tissu comme pâte à forte valeur ajoutée.

Des résultats obtenus, on conclut que l'utilisation d'eau chaude près du point d'ébullition permet de ramollir le liant de l'encre, ce qui diminue sa cohésion et favorise sa fragmentation et sa séparation des fibres. Pour la trituration planétaire, la consistance optimale était de 13% dans un environnement alcalin ( $\text{pH} = 10$ ). L'utilisation de ce nouveau système de trituration s'avère efficace pour une vitesse d'agitation élevée (maximum de l'appareil = 575 rpm) et un temps de trituration de 30 minutes. Le temps de trempage de la pâte et l'emploi de solvant ne se sont pas avérés nécessaires lors des conditions optimales. Toutefois, l'utilisation de l'huile de banane à des températures d'eau sous les  $60^\circ\text{C}$  peut être une solution envisageable pour diminuer la quantité de taches d'encre visibles à un niveau acceptable. La concentration idéale en surfactant fut trouvée comme étant de 0,2% sur une base sèche.

L'étude de la cinétique de la flottation permet de constater que la séparation des encres xérographiques suit une cinétique de premier ordre et que la perte en fibres est proportionnelle à la perte en eau. La comparaison des résultats entre le tritrateur hélicoïdal et le tritrateur planétaire démontre que dans des conditions optimales obtenues, il n'existe pas de différence majeure de propreté dans la pâte finale. La trituration hélicoïdale semble moins briser les fibres et permet d'obtenir une pâte avec une longueur de rupture et un indice d'éclatement un peu plus faible.

Pour obtenir une propreté élevée, le triturateur planétaire peut opérer à 13% de consistance comparativement à 10% pour l'hélicoïdal. Ceci implique qu'à l'échelle pilote, le triturateur planétaire peut atteindre 16% en consistance et, conséquemment, sa conception peut être changée par la diminution de son volume original afin d'atteindre les mêmes objectifs de propreté.

Afin de permettre une meilleure justification de l'utilisation du triturateur planétaire, l'auteur recommande d'effectuer des essais pilotes pour vérifier la faisabilité économique et industrielle du procédé. La répétition de plusieurs autres expériences avec du papier imprimé à l'aide d'imprimantes au laser, afin de vérifier l'efficacité du triturateur planétaire sur le décrochage et la fragmentation de ce type d'encre, fait également l'objet de recommandations. De plus, d'un point de vue énergétique, il serait approprié de vérifier la consommation en énergie durant la mise en marche des deux appareils. En somme, le choix d'utilisation d'un type de triturateur dépend de facteurs importants tels, le coût d'achat et d'installation de l'équipement, la conception et le type de procédé utilisé et le rendement énergétique de l'appareil.

## CHAPITRE 6

### RÉFÉRENCES

1. Mouval, P., "Chemical Treatment Reduces Stickies Buildup on Machine Fabric", Advances in paper recycling: New technology and marketing Trends, Pulp&Paper Technical Insight Series 102-105 (1994).
2. Cutler, P. H., "Paper Consumption Patterns and Growth", Prima '95, 26th Annual Conference: Changing Dynamics of Paper Stockholm 1-7 May (1995).
3. Association Canadienne des Pâtes et Papiers, " Recyclage et Composition fibreuse", (1995)
4. Dorris, G.M., Pagé, M., "Deinking of Toner-Printed Papers. Part I: Flotation Kinetics, Froth Stability and Fiber Entrainment", 3 ème forum de recherche sur le recyclage, 215-224 (1995).
5. Cathie, K., Pearson, N., "Future Change in Printing Processes and Ink Formulations and Their Effect on the Deinking Industry", Tappi Proceedings Recycling Symposium 313-317 (1994).
6. Cathie, K., Mallouris, M., " Use of Surface Energy Measurements and other Parameters to Predict the Deinkability of Laser Printed Papers", Pulp&Paper Canada 96:4 T127-130 (1995)
7. Vidotti, R.M., Johnson, D. A., et Thompson, E.V., "Repulping and Flotation Studies of Photocopied and Laser-Printed Office Waste Paper. Part I: Repulping and Image analysis", Progress in Paper Recycling, 2(4): 30-38 August (1993).



8. Okada, E., Urushibata, H., "Deinking of Toner Printed Paper ", Proc. Tappi Pulping Conference. TAPPI Press Atlanta, 857-864 (1991).
9. Pan, R. *et al.*, " A global Model for Predicting Flotation Efficiencies. Part II: Particle Size and Flotation Rate Predictions and Experimental Studies and Comparisons", Proc. Tappi Recycling Symposium, 291-301 (1994).
10. Johnson, D. A., et Thompson, E.V., "Fiber and Toner Detachment During Repulping of Mixed Office Waste Containing Photocopied and Laser-Printed Paper", Tappi Journal, 78(2):41-46 (1995).
11. Jeffries, T. W., *et al.*, "Comparison of Enzyme-Enhanced with Conventional Deinked of Xerographic and Laser-Printed Paper", Tappi Journal, 77(4):173-179 (1994).
12. Norman., Jack. C., "Deinking Laser-Print Paper using Ultrasound", Tappi Journal, 77(3): 151-158 (1994).
13. Snyder, B. A., Berg, J. C., "Deinking Toner Printed Paper by Selective Agglomeration", 3<sup>ème</sup> forum de recherche sur le recyclage, 231-234 (1995).
14. Dorris, G., et Sayegh, N.N., "The Role of Print Layer Thickness and Cohesiveness on Deinked of Toner-Printed Papers", TAPPI 1994 Pulping Conference Proceedings, 1273-1288 (1994).
15. Borchardt, J.K., *et al.*, " Microscopic Analysis of Toner Printed Paper after Pulping", Progress in Paper Recycling, 16-27 August (1995).
16. Seldin, I., "Thruput Requirements for Xerography", The first international symposium in the business papers of the future, New-York, chapter IV, May (1985).

17. Hou, M. J., Hui, S. H., " Interfacial Phenomena in Deinking Part I: Stability of Ink Particle-air Bubble Aggregates in Flotation Deinking", Proc. Tappi Pulping Conference. TAPPI Press Atlanta, 1125-1142 (1993).
  
18. Evans, J., "250-TPD Deinking System Expands Ontario Paper Newsprint Operations", Pulp & Paper, 58(3): 54-61 Mars (1984).
  
19. McDonagh, M., " Mixers for Powder/Liquid Dispersion", Chemical Engineer, 434: 29-32 mars (1987).
  
20. Bird, B.R., Stewart W.E., et Lightfoot, E.N., " Transport Phenomena", John Wiley & sons, 11-13 (1960).
  
21. Niederkorn, T. C., et Ottino, J., "Chaotic Mixing of Shear-Thinning Fluids", AIChE Journal, 40(11): 1782-1792 November (1994).
  
22. Fuerstenau. D.W., Healy, T.W., "Adsorptive Bubble Separation Techniques", R. Lemlich ed., Academic press, New York (1972).
  
23. Panek, J. C., Pfromm, P. H., "Interfacial Properties of Toner in Flotation Deinking", Progress in Paper Recycling, 49-57 February (1996).
  
24. Epple, M. *et al.*, "The Effect of Froth Stability and Wettability on the Flotation of a Xerographic Toner", Colloid & Polymer Science, 272(10):1264-1272 (1994).
  
25. Schmidt, D. C., Berg, J. C., "The Selective Removal of Toner Particles from Repulped Slurries by Flottation" 3 ème forum de recherche sur le recyclage, 227-230 (1995).

26. Putz *et al.*, "Deinking of Oil and Water-Borne Printing Inks: A New Flotation Model ", Pulp & Paper Canada, 97: 7 T193-198 (1993).
27. Fuerstenau, D.W., Raghavan, S., " Flotation ", A.M. Gaudin Memorial Volume, M.C. Fuerstenau Ed., Vol.1 (1976).
28. Arbiter, N., " Flotation Rates and Flottation Efficiencies", Trans. Am. Inst. Min. Engrs., 190:791 (1951).
29. Gaudin, A.M., "Flotation" 2nd ed., McGraw Hill, Chapter 12 (1957).
30. Buschel, C.H.G., "Kinetics of Flotation", Trans. Soc. Min. Eng., AIME, 223-266 (1962).
31. Kitchener, J.A., "The Froth Flotation Process: Past, Present and Future - in brief", The scientific basis of flotation, Martinus Nijhoff publishers, 3-52 (1984).
32. Pinder, K.L., Carriere, S., "Low Temperature Deinking of Xerographically Printed Office Recovered Paper: Particle Size Reduction", Progress in Paper Recycling, 58-65 February (1996).
33. Baillargeon, G., "Probabilités et Statistiques et Techniques de Régression ", Les Editions SMG, Trois-Rivières, (1989).
34. Bernard, Claude., "Notes de cours: Chimie II", Université de Lyon, France (1995).
35. Garceau, J.J., "Pâtes Mécaniques et Chimico-Mécaniques", Section Technique Association Canadienne des Producteurs de Pâtes et Papiers, 86-135 (1989).

36. Moss, C. S., "Image Analysis Standardization", Tappi Journal, vol 76(10):117-122 (1993).
37. Abdellaoui, M., Gaffet, E., "Mechanical Alloying in a Planetary Ball Mill: Kinematic Description", Journal de physique III, vol. 4, 192-296 February (1994).
38. Smith, P.G., Warren, L.J., " Entrainment of Particles into Flotation Froths", Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review, 5:123 (1989).
39. Subrahmanyam, T.V., Forsberg, E., " Froth Stability Particle Entrainment and Drainage in Flotation-A review", Int. J. Min. Process, 23-33 (1988).
40. Fogler, H. Scott., "Elements of Chemical Reaction Engineering", Second Edition, Prentice Hall International Series in the Physical and Chemical Engineering Sciences, 190-200 (1992).

## ANNEXE A

### Résultats du "design" expérimental

**TABEAU 1** Résultats pour le design expérimental à 34 expériences

Exp (#)	TR (heure)	pH	CS (%)	TEA (Celcius)	Vitesse (rpm)	TT (minutes)	Blancheur (%ISO)
1	12	7	5	55	5	35	56,59
2	24	4	0	30	2	60	82,70
3	24	4	10	30	2	10	62,43
4	24	10	0	80	8	10	81,95
5	24	4	10	80	8	10	64,15
6	0	4	10	80	2	10	65,33
7	0	10	0	80	2	10	80,63
8	0	10	0	80	8	60	81,13
9	0	10	0	30	2	60	76,06
10	0	10	10	80	2	60	75,38
11	24	4	0	80	2	10	81,94
12	0	4	0	80	8	10	81,11
13	24	10	10	80	8	60	56,79
14	24	10	0	30	8	60	83,57
15	0	4	10	30	8	10	64,78
16	24	4	10	30	8	60	60,43
17	0	10	10	30	2	10	54,79
18	12	7	5	55	5	35	57,88
19	0	10	0	30	8	10	82,08
20	0	4	0	80	2	60	81,16
21	0	10	10	30	8	60	64,58
22	0	4	0	30	2	10	82,55
23	24	10	0	80	2	60	82,89
24	24	10	10	80	2	10	64,34
25	24	4	0	30	8	10	82,88
26	24	10	0	30	2	10	81,48
27	24	10	10	30	8	10	68,10
28	0	4	10	80	8	60	64,85
29	0	4	10	30	2	60	51,00
30	24	4	0	80	8	60	84,55
31	0	10	10	80	8	10	62,15
32	24	4	10	80	2	60	60,23
33	24	10	10	30	2	60	53,48
34	0	4	0	30	8	60	83,08

## ANNEXE B

### Cinétique de la flottation

**TABLEAU 2B** Quantité totale de mousse recueillie pendant la cinétique de la flottation (eau +fibre +encre)

<b>Temps (sec)</b>	<b>Quantité (g)</b>	<b>Quantité d'eau ajoutée (ml)</b>
0	-	0
20	132,5	50
40	130,2	50
60	97,4	50
90	100,5	50
120	85,82	50
180	103,1	50
240	89,71	100
300	65,98	100
360	45,73	100

**TABLEAU 3B** Quantité de mousse à sécher pour l'analyse par TGA et la formation de feuille

<b>Temps (sec)</b>	<b>Quantité humide avant séchage (g)</b>	<b>Quantité après séchage(g)</b>	<b>Quantité d'eau évaporée (g)</b>
0	-	-	-
20	51,64	0,3	51,34
40	62,02	0,36	61,66
60	68,84	0,33	68,51
90	48,76	0,5	48,26
120	57,27	0,5	56,77
180	50,82	0,5	50,32
240	66,17	0,73	65,44
300	63,76	0,82	62,94
360	43,08	0,59	42,49

**TABLEAU 4B** Analyse des échantillons par la TGA

Temps (sec)	% eau	% fibres + polymère	% organique oxydable (résine)	% inorganique oxydable (CaCO <sub>3</sub> )	% cendres
0	-	-	-	-	-
20	3,38	66,18	11,31	5,90	12,06
40	4,75	62,36	10,39	6,93	14,44
60	3,69	62,18	10,84	7,13	15,01
90	3,55	65,22	7,92	6,84	14,00
120	5,47	62,93	10,11	6,87	13,26
180	7,99	60,68	10,85	6,41	12,80
240	4,36	63,28	10,68	6,45	13,91
300	5,35	62,47	10,44	6,38	14,30
360	5,90	61,18	9,98	6,74	14,87

**TABLEAU 5B** Résultats du pourcentage en perte des composants  
à chaque instant durant la flottation

Temps (sec)	% eau	% fibres + polymère	% organique oxydable (résine)	% inorganique oxydable (CaCO <sub>3</sub> )	% cendres
0	0	0	0	0	0
20	2,01	0,90	0,16	0,08	0,17
40	2,00	0,85	0,14	0,09	0,20
60	1,52	0,52	0,09	0,06	0,13
90	1,57	1,20	0,15	0,13	0,26
120	1,35	0,84	0,13	0,09	0,18
180	1,63	1,10	0,20	0,12	0,23
240	1,42	1,53	0,26	0,16	0,34
300	1,04	0,95	0,16	0,10	0,22
360	0,72	0,69	0,11	0,08	0,17

## Exemple de calcul

### Perte en solide pour l'intervalle de temps 20-40 secondes:

Quantité de mousse enlevée totale: 130,2g

Quantité de mousse à sécher: 62,02g

Masse sèche de solide: 0,36g

Facteur de multiplicité:  $130,2\text{g}/62,02\text{g} = 2,11$

$0,36\text{g sec} \times 2,11 = 0,7596 \text{ g sec}$  dans la mousse

Par TGA, on sait qu'il y a 62,36% de fibres et polymère pour la pâte sec.

Alors,  $0,624 \times 0,7596 = 0,47\text{g}$

il y a aussi, 10,4% de résine, 6,93% de  $\text{CaCO}_3$  et 14,4 % de cendre, ce qui donne, 0,08g de résine, 0,053g de  $\text{CaCO}_3$  et 0,11g de cendre

Donc, ce sont les pertes en masse des composés ramenées par rapport à la quantité initiale de pâte sèche (56g). Alors, les % de pertes sont ces valeurs divisées par 56 g.

Polymère et fibres =  $0,47\text{g}/56\text{g} \times 100\% = 0,85\%$

Résine =  $0,08\text{g}/56\text{g} \times 100\% = 0,14\%$

$\text{CaCO}_3$  =  $0,053/56\text{g} \times 100\% = 0,09\%$

Cendre =  $0,11\text{g}/56\text{g} \times 100\% = 0,2\%$

### Perte en eau pour l'intervalle de temps 20-40 secondes:

Le pourcentage en perte d'eau pour un intervalle de temps i se calcule par le rapport de la quantité d'eau enlevée à l'intervalle i divisé par la quantité d'eau nette restant dans la cellule.

La quantité d'eau nette qui reste dans la cellule se calcule ainsi:

$$Q_{\text{nette}} (\text{ml}) = Q_{\text{ini}} - \sum \text{eau enlevée} + \sum \text{eau ajoutée}$$



d'où,  $Q_{ini}$  = Quantité d'eau initiale dans la cellule

$\Sigma$ eau enlevée = somme de la quantité d'eau enlevée de la cellule pour un intervalle de temps i.

$\Sigma$ eau ajoutée = quantité totale d'eau ajoutée jusqu'à l'intervalle i pour tenir le niveau de la cellule constant.

Par exemple, entre 20 et 40 secondes,

- eau enlevée = 130,19g humide - 0,7596g sec = 129,43g

-  $\Sigma$ eau enlevée durant l'intervalle 0-20sec = 131,75g

-  $\Sigma$ eau ajoutée totale pour le niveau de la cellule = 100ml (50ml + 50ml)

-  $Q_{ini}$  = 6500ml

% eau enlevée =  $129,43g / (6500ml - 131,75ml + 100ml) \times 100\%$

**% Eau enlevée = 2%**

## Méthodologie du calcul de $dC/dT$ pour la construction du graphique $\ln(-dC/dT)$ vs $\ln(C-C_\infty)$ : approche par la méthode de différences finies

Pour déterminer l'ordre de la réaction, il faut tout d'abord suivre les étapes suivantes:

- 1) déterminer  $dC/dT$
- 2) prendre le  $\ln(-dC/dT)$  et  $\ln(C-C_\infty)$
- 3) construire le graphique avec la pente = ordre

La première étape est déterminante et la méthode par différence finie a été utilisée car elle est simple à appliquer.

Il faut trouver  $dC/dT$  à chaque instant  $T$ . Les formules suivantes peuvent être utilisées pour calculer  $dC/dT$ . Les équations 1 et 3 sont employées respectivement pour les premiers et derniers points, tandis que l'équation 2 est employée pour tous les points intermédiaires [40].

### Méthode par différences finies

Pour les données suivantes:

Temps	$T_0$	$T_1$	$T_2$
Concentration	$C_0$	$C_1$	$C_2$

$$\begin{aligned}
 (dC/dT)_{T_0} &= (-3C_0 + 4C_1 - C_2) / 2\Delta T & 1 \\
 (dC/dT)_{T_1} &= (C_2 - C_0) / 2\Delta T & 2 \\
 (dC/dT)_{T_2} &= (C_0 - 4C_1 + 3C_2) / 2\Delta T & 3
 \end{aligned}$$

Exemple de calcul (données du tableau 5B)

$$\text{temps 0: } (dC/dT)_{T_0} = (-3 \times 120 + 4 \times 109 - 99) / 2 \times 20 = -0,575$$

$$\text{temps 1: } (dC/dT)_{T_1} = (99 - 120) / 2 \times 20 = -0,525$$

$$\text{temps 2: } (dC/dT)_{T_2} = (80 - 109) / 2 \times 20 = -0,725$$

$$\text{temps 3* : } (dC/dT)_{T_3} = (61 - 120) / 2 \times 30 = -0,983$$

$$\text{temps 4: } (dC/dT)_{T_4} = (61 - 80) / 2 \times 30 = -0,317$$

$$\text{temps 5** : } (dC/dT)_{T_5} = (51 - 120) / 2 \times 60 = -0,575$$

$$\text{temps 6: } (dC/dT)_{T_6} = (48 - 61) / 2 \times 60 = -0,108$$

$$\text{temps 7: } (dC/dT)_{T_7} = (48 - 51) / 2 \times 60 = -0,108$$

$$\text{temps 8: } (dC/dT)_{T_8} = (48 - 48) / 2 \times 60 = 0$$

$$\text{temps 9: } (dC/dT)_{T_9} = (48 - 4 \times 48 + 3 \times 48) / 120 = 0$$

\* Ici, il y a un changement dans la variation du temps  $\Delta T$  entre  $T_2$  et  $T_3$  et  $T_3$  et  $T_4$ .

\*\* Ici, il y a aussi un changement dans la variation du temps entre  $T_4$  et  $T_5$  et  $T_5$  et  $T_6$ .

On ne considère pas les valeurs nulles aux temps 8 et 9 car le logarithme naturel de 0 donne une valeur qui tend vers l'infini.